



Milano, 13 giugno 2014

Dr. Paolo Nastasio
Dirigente della Struttura Biodiversità e sistema agro-forestale
ERSAF
Via Pola, 12
20124 Milano

Oggetto: Risultati analisi di microinquinanti organici e inorganici in campioni di terreno provenienti dal sito di Interesse Nazionale: “Brescia – Caffaro” – V. 25062014 2.3

Premessa

Sono state effettuate le analisi su 3 campioni di terreni inviati da ERSAF. I campioni sono stati raccolti da presso tre punti, individuati come

campione 1: -A
campione 2: -R
campione 3: -T

I campioni sono stati analizzati in tempi diversi con metodi e strumentazione diversa.

Poiché lo scopo delle analisi era quello di identificare una serie di sostanze presenti, ignote, l’analisi ha richiesto un grande tempo, purtroppo oltre quello preventivato.

Dopo le analisi concordate, effettuate subito, sono stati infatti acquistati alcuni standard, ritenuti fondamentali, e i campioni ri-analizzati per verificare la presenza dei nuovi composti da ricercare, dopo avere messo a punto le metodologie analitiche specifiche, causando una grande perdita di tempo sia per i tempi di consegna degli standard (ben oltre 20 giorni) che per la messa a punto delle metodiche nuove (anche qui quasi 3 settimane di lavoro sulla strumentazione).

In seguito a questo impegno analitico, sono stati pertanto identificati una serie di PCB importante, quasi 80 congeneri, oltre al PCB 209 la cui presenza è risultata molto importante.

La presenza di composti volatili, inattesa, è stata validata con l’analisi sia di un terreno certificato che con degli standard di recente formulazione per la messa a punto di una nuova normativa ISO per i solventi volatili.

La presenza di composti polari, invece, nonostante le diverse analisi effettuate sia con ioni negativi che positivi, non ha portato ad una identificazione di composti ignoti. Alcuni picchi cromatografici sono stati rilevati, e di alcuni composti identificato il peso molecolare esatto, ma non la struttura. Sembra che in comune sia la presenza di gruppi ossidrilici. Identificata la presenza qui di PCP ma non di Clorotalonil.



Anche la ricerca di composti ignoti, mediante l'analisi degli spettri in full scan, ha richiesto molto tempo. La presenza di PCN e PCT, infatti, è stata verificata attraverso riconoscimento manuale degli spettri da persona esperta, richiedendo tempi lunghi. I cromatogrammi sono molto contaminati e la presenza di PCB richiede infatti attenzioni particolari poiché i cluster isotopici delle sostanze clorurate sono molto simili e portano a possibili errori interpretativi.

Di fatto il lavoro straordinario, necessario per l'identificazione di tutte le sostanze non preventivate, ha richiesto un grande impegno come ore uomo, motivo che ha causato il ritardo sui tempi stimati.

Strumentazione

Analisi di composti volatili e semivolatili

Le analisi sono state effettuate con un gascromatografo/ spettrometro di massa Agilent 5975.

E' stata utilizzata una colonna con fase di fenil metil silossano, spessore della fase 1.8 μm , pressione in colonna di 55 Kpa, lunghezza 60 m, diametro interno 0.32 mm. La programma di temperatura è stata così impostata: isoterma 35°C per 3 min; 8 °C /min fino a 220 °C, isoterma per 10 min. flusso 0,8 ml/min . In Scan sono state acquisite le masse da 40 a 300 m/z, mentre in SIM sono state acquisite le masse specifiche dei diversi composti presi in esame.

I campioni di terreno (30g), sono stati estratti utilizzando la tecnica di microestrazione in fase solida (SPME). Per la preconcentrazione la fibra SPME utilizzata è stata una fibra trifasica Carboxen/PDMS/DVB. Il tempo di esposizione utilizzato della fibra è stato di 30 min per campione a 80°C.

Il riconoscimento degli spettri è stato fatto utilizzando la libreria di spettri del National Bureau of Standards contenente 120000 spettri di riferimento, e verificando i picchi principali da persona esperta.

Per effettuare la analisi quantitativa e semiquantitativa della concentrazione dei composti, è stato aggiunto ai campioni uno standard interno marcato con isotopi stabili, p-xilene d10 alla concentrazione riportata nelle tabelle allegate di seguito.

I risultati quantitativi sono stati ottenuti in rapporto con un campione di terreno prelevato in loco a cui sono stati aggiunti 100ng dei composti presi in esame, mentre quelli semiquantitativi sono stati ottenuti tramite rapporto diretto delle aree cromatografiche dei composti identificati rispetto a quella dello standard interno. Le concentrazioni così determinate sono riportate in allegato. Tutti i valori sono espressi come ng/g.



Diossine e PCB

Il metodo utilizzato e' un metodo interno di laboratorio che fa riferimento ai metodi:
Diossine e Furani - EPA Method 1613: Tetra-through Octa-Chlorinated Dioxins and
Furans by Isotope dilution HRGC/HRMS -<http://www.epa.gov/waterscience/methods/1613.html>
PCB - EPA Method 1668b: Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment,
Biosolids, and Tissue by HRGC/HRMS.

Trattamento del campione

Circa 25 g di campioni di suolo sono stati bene essiccati e marcati con i seguenti standard
interni marcati ¹³C¹².

Congenere	Quantità (ng)
2,3,7,8-TCDF	0.2
2,3,7,8-TCDD	0.2
1,2,3,7,8-PCDF	0.2
2,3,4,7,8-PeCDF	0.2
1,2,3,7,8-PCDD	0.2
1,2,3,4,7,8-HeCDF	0.2
1,2,3,6,7,8-HeCDF	0.2
2,3,4,6,7,8-HeCDF	0.2
1,2,3,7,8,9-HeCDF	0.2
1,2,3,4,7,8-HeCDD	0.2
1,2,3,6,7,8-HeCDD	0.2
1,2,3,7,8,9-HeCDD	0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.2



1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.2
OCDD	0.4
OCDF	0.4
PCB-1	1
PCB-3	1
PCB-4	1
PCB-8	1
PCB-15	1
PCB-19	1
PCB-28	1
PCB-54	1
PCB-52	1
PCB-70	1
PCB-81	1
PCB-77	1
PCB-95	1
PCB-101	1
PCB-123	1
PCB-118	1
PCB-114	1
PCB-105	1
PCB-126	1
PCB-153	1
PCB-138	1
PCB 167	1
PCB 156	1
PCB 157	1
PCB 169	1
PCB-180	1
PCB-170	1
PCB-189	1
PCB-202	1
PCB-205	1
PCB-208	1
PCB 209	1

L'estratto ottenuto e' stato sottoposto prima ad un trattamento fortemente acido con acido solforico al 98% adsorbito su fase inerte (Extrelut) e di seguito soggetto a doppia purificazione su



gel di silece neutra (6g) attivata per una notte a 180 ° e allumina neutra (1.5 g) attivata per 4 ore a 400 °C. Quest'ultima purificazione ha lo scopo di separare PCDD e PCDF da altri composti clorurati con struttura simile agli analiti in questione, i quali potrebbero interferire sulle masse acquisite durante l'analisi strumentale e portare ad errori di valutazione. Dopo purificazione si concentra il campione a piccolo volume e lo si sottopone ad analisi in GC-MS per la determinazione di PCDD, PCDF e PCB.

Analisi strumentale

Per la determinazione quantitativa di PCDD, PCDF e PCB si è utilizzato il metodo della diluizione isotopica accoppiato al metodo del fattore di risposta. Per l'identificazione delle varie classi o isomeri si è fatto riferimento ai tempi di ritenzione e al rapporto isotopico, calcolato facendo il rapporto tra le aree riscontrate sui due ioni registrati appartenenti allo stesso composto. Questo rapporto deve corrispondere al rapporto isotopico teorico in un intervallo di variabilità entro il 15%.

Le condizioni strumentali sono riportate di seguito:

Parametro	PCDD/Fs	PCB
Gascromatografo	GC Trace	GC Trace
Iniettore	Splitless	Splitless
T iniettore	280 °C	280 °C
Flusso in Colonna	2 ml/min di elio a flusso costante	1 ml/min di elio a flusso costante
Colonna	BPX-DXN (60 m x 0.20 mm x 0.25 µm)	BPX-DXN (60 m x 0.20 mm x 0.25 µm)
Programmata	160°C for 1 min, 2.5°C/min fino a 300°C, 300°C per 6 min.	125°C per 2 min., 7.5°C/min fino a 190°C, 2.5°C/min fino a 280°C, 280°C per 7 min.
T Interfaccia GC-MS	280 °C	280 °C
Spettrometro di massa	MAT 95XP Thermofinnigan	MAT 95XP Thermofinnigan
T Sorgente	280 °C	280 °C
Tipo di ionizzazione	EI ⁺ 48 eV	EI ⁺ 48 eV
Risoluzione	>= 10000	>= 10000
Masse Acquisite	M+ - M+2 (classi tetra-penta clorurate) M+2 - M+4 (classi esa-epta-octa clorurate)	M+ - M+2 (classi mono-di-tri-tetra-penta clorurate) M+2 - M+4 (classi esa-epta-octa-nona clorurate) M+2 - M+4 (PCB 209)



PCB 209 ed altri congeneri

Il metodo utilizzato e' un metodo interno di laboratorio che fa riferimento ai metodi:
EPA Method 1613: Tetra-through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope dilution HRGC/HRMS - <http://www.epa.gov/waterscience/methods/1613.html>

I parametri cromatografici sono stati i seguenti:

T iniettore: 280 °C

Colonna: SPB5 (SGE) lungh.: 50 m i.d.: 0,20mm spessore film: 0,25 µm

Programmata come segue:

125	deg	at	0.0	minutes	310	deg	max
	125		deg	at	2.0		minutes
	190		deg	at	10.7		minutes
	280		deg	at	55.7		minutes
280 deg at 62.7 minutes							

Per questi PCB sono stati acquistati specificatamente, ed utilizzati, i seguenti standard nativi:



MONO CL PCB	DI CL PCB	TRI CL PCB	TETRA CL PCB	PENTA CL PCB
PCB-1 13C12	PCB-4 13C12	PCB-19 13C12	PCB-54 13C12	PCB-104 13C12
PCB-1	PCB-10 + PCB-4	PCB-19	PCB-54	PCB-104
PCB-3 13C12	PCB-9 13C12	PCB-18	PCB-52 13C12	PCB-95 13C12
PCB-3	PCB-6	PCB-16	PCB-52	PCB-95
	PCB-8 13C12	PCB-28 13C12	PCB-49	PCB-84 + PCB-90
	PCB-8	PCB-31 + PCB-28	PCB-44	PCB-101 13C12
	PCB-15 13C12	PCB-33	PCB-41	PCB-101
	PCB-15	PCB-22	PCB-40	PCB-99
		PCB-37 13C12	PCB-74	PCB-119
		PCB-37	PCB-70 13C12	PCB-97
			PCB-70	PCB-111 13C12
			PCB-66	PCB-87
			PCB-60 13C12	PCB-85
			PCB-60	PCB-110
			PCB-79 13C12	PCB-123 13C12
			PCB-81 13C12	PCB-123
			PCB-81	PCB-118 13C12
			PCB-77 13C12	PCB-118
			PCB-77	PCB-114 13C12
				PCB-114
				PCB-105 13C12
				PCB-105
				PCB-126 13C12
				PCB-126



ESA CL PCB	EPTA CL PCB	OCTA CL PCB	NONA CL PCB	DECA CL PCB
PCB-135	PCB-174	PCB-202 13C12	PCB-208 13C12	PCB 209 13C12
PCB=149	PCB-177	PCB-202	PCB-208	PCB 209
PCB-153 13C12	PCB-171	PCB-201	PCB-207	
PCB-153 + PCB-168	PCB-180 13C12	PCB-200	PCB-206 13C12	
PCB=141	PCB-180+ PCB 193	PCB-199	PCB-206	
PCB=137	PCB-191	PCB-203		
PCB-138 13C12	PCB-170 13C12	PCB-194 13C12		
PCB-138	PCB-170	PCB-194		
PCB-158	PCB-189 13C12	PCB-205 13C12		
PCB-129	PCB-189	PCB-205		
PCB-159 13C12				
PCB-162 13C12				
PCB-128				
PCB 167 13C12				
PCB 167				
PCB 156 13C12				
PCB 156				
PCB 157 13C12				
PCB 157				
PCB 169 13C12				
PCB 169				



Analisi di composti semivolatili e persistenti

I campioni di estratti utilizzati per le analisi delle diossine e dei PCB, sono stati analizzati mediante GC/MS (Agilent 5973) a bassa risoluzione in modalità full scan, per identificare composti come PCN, PCT, DDT e suoi composti di degradazione, esaclorobenzene, clorotalonil ed altri composti persistenti.

Le analisi sono state effettuate iniettando una aliquota di 2 µl della frazione in tetracloruro di carbonio in una colonna metil silicone, con una programmata come segue:

Flusso in colonna:: 1 ml/min di elio a flusso costante

Colonna: HP5 (Agilent) lungh.: 30 m i.d.: 0,25 mm spessore film: 0,2 µm

Programmata: 100 °C x 1 min., 10 °C/min fino a 300 °C, poi isoterma 20 minuti.



Analisi di metalli

Per problemi strumentali sull'ICP/MS, risultati dall'analisi comparativa dei risultati con materiali di riferimento e con dati da letteratura, per accorciare i tempi, le analisi sono state ri-effettuate su uno strumento ad assorbimento atomico.

Si preleva un'aliquota di campione (1 g). Insieme al campione, si aggiungono 5 mL di HNO_3 , 2 mL di HF e 1 mL HCl. Si mettono a digerire i campioni in un forno a microonde (Anton Paar Multiwave 3000) con il seguente metodo:

Potenza=800 W in 4 min

Pressione= 35 bar con rampa di 0.4 bar/sec

Digestione= 25 min

Raffreddamento= 20 min

Ultimata la digestione, si diluiscono i campioni con acqua ultrapura.

Le analisi sono state effettuate con Assorbimento Atomico (analyst 600 PerkinElmer)

Analisi di composti polari mediante HPLC/MS ad alta risoluzione

I tre campioni di terreno, identificati con le sigle A R e T, sono stati analizzati tramite cromatografia liquida accoppiata a spettrometria di massa in tandem (HPLC-MS/MS).

Sono stati pesati 5 g di ogni campione e sono stati estratti con 20 mL una miscela di acqua/acetonitrile 2/8. Dopo essere stati vortexati, i campioni sono stati sonicati per 20 minuti e centrifugati per 10 minuti a 1200 rpm. 4 mL di surnatante sono stati evaporati sotto flusso di azoto e ripresi in 40 uL di fase mobile.

I campioni sono stati analizzati utilizzando lo strumento LTQ-Orbitrap XL, interfacciato ad un sistema HPLC Agilent 1200. Allo scopo di ottenere maggiori informazioni possibili circa la struttura di eventuali composti ritrovati nei campioni è stata effettuata un'analisi spettrometrica in tandem, in modalità data-dependent.

Per la separazione cromatografica del campione è stata utilizzata una colonna Zorbax SB C18 5um 150x0.5 mm. I solventi utilizzati per l'eluizione in positivo erano acido formico 0.1% (A) e acetonitrile (B), mentre i solventi utilizzati per l'eluizione in negativo erano acido acetico 0.05% (A) e acetonitrile (B). Il gradiente, in entrambi i casi, era dal 10% al 99% di B in 40 minuti, quindi 99% di B per 8 minuti con un flusso di 12 ul/min.



Risultati

Di seguito vengono riportati i risultati sia in modo grafico, dopo elaborazione dei dati e riduzione in classi di composti, che in tabelle, dove vengono riportati tutti i dati grezzi sulle concentrazioni dei composti identificati nei vari campioni.



Sostanze organiche volatili

(si ricorda che il metodo utilizzato per la ricerca di sostanze organiche volatili è da considerarsi semi-quantitativo)

Composto	ng/g			
	5A	5R	5T	Bianco
<i>tert</i> -amyl methyl ether (TAME)	<10	<10	<10	<10
benzene	1,49	1,48	0,54	0,01
bromobenzene	<10	<10	<10	<10
bromochloromethane	<10	<10	<10	<10
bromodichloromethane	<10	<10	<10	<10
<i>n</i> -butylbenzene	<10	<10	<10	<10
<i>sec</i> -butylbenzene	<10	<10	<10	<10
<i>tert</i> -butylbenzene	<10	<10	<10	<10
chlorobenzene	0,38	0,55	0,19	<0,001
2-chlorotoluene	<10	<10	<10	<10
4-chlorotoluene	<10	<10	<10	<10
dibromochloromethane	<10	<10	<10	<10
1,2-dibromo-3-chloropropane (DBCP)	<10	<10	<10	<10
1,2-dibromoethane	<10	<10	<10	<10
dibromomethane	<10	<10	<10	<10
1,2-dichlorobenzene	0,13	0,08	0,02	<0,001
1,3-dichlorobenzene	0,24	0,13	0,08	<0,001
1,4-dichlorobenzene	0,22	0,11	0,04	<0,001
1,1-dichloroethane	<10	<10	<10	<10
1,2-dichloroethane	<10	<10	<10	<10
1,1-dichloroethene	<10	<10	<10	<10
<i>cis</i> -1,2-dichloroethene	<10	<10	<10	<10
<i>trans</i> -1,2-dichloroethene	<10	<10	<10	<10
1,2-dichloropropane	<10	<10	<10	<10
1,1-dichloropropene	<10	<10	<10	<10
<i>cis</i> -1,3-dichloropropene	<10	<10	<10	<10
<i>trans</i> -1,3-dichloropropene	<10	<10	<10	<10
ethylbenzene	<10	<10	<10	<10
ethyl <i>tert</i> -butyl ether (ETBE)	<10	<10	<10	<10
2-ethyl-5,5-dimethyl-1,3-dioxane	<10	<10	<10	<10
hexachlorobutadiene	0,10	0,03	0,02	<0,001
isopropylbenzene (cumene)	<10	<10	<10	<10
methyl <i>tert</i> -butyl ether (MTBE)	<10	<10	<10	<10
naphthalene	0,71	0,66	0,15	0,08
<i>n</i> -propylbenzene	<10	<10	<10	<10
styrene	0,21	0,20	0,12	0,06
2-ethyl-5,5-dimethyl-1,3-dioxane	<10	<10	<10	<10
1,1,2,2-tetrachloroethane	<10	<10	<10	<10



tetrachloromethane	1076,98	333,95	191,34	0,02
tribromomethane (bromoform)	<10	<10	<10	<10
1,2,4-trichlorobenzene	3,34	1,71	0,49	0,01
1,2,3-trichlorobenzene	0,93	0,52	0,20	0,01
1,1,1-trichloroethane	<10	<10	<10	<10
1,1,2-trichloroethane	<10	<10	<10	<10
trichloroethene	0,77	0,32	0,06	0,01
trichloromethane (chloroform)	22,35	19,49	15,29	0,01
1,2,3-trichloropropane	<10	<10	<10	<10
1,2,4-trimethylbenzene (pseudocumene)	<10	<10	<10	<10
1,3,5-trimethylbenzene (mesitylene)	<10	<10	<10	<10
vinyl chloride	<10	<10	<10	<10
* 1 o 2-chloronaphthalene	0,02	0,01	<0,001	0,01
* 1 o 2-chloronaphthalene	0,30	0,31	0,08	<0,001
* pentachlorophenol ?	0,06	0,10	0,02	<0,001



Diossine : Analisi congenere-specifica

n.b: Per il calcolo dei TEQ si e' utilizzata la meta' del limite di sensibilita'.

Campione Concentrazione in:	BS-S-COM A pg/g	BS-S-COM R pg/g	BS-S-COM T pg/g
2,3,7,8-TCDF	138,55	94,41	51,95
Total TCDF	311,06	374,45	106,06
2,3,7,8-TCDD	0,37	< 0,08	< 0,04
Total TCDD	6,24	16,04	0,56
1,2,3,7,8-PCDF	85,16	109,88	35,81
2,3,4,7,8-PeCDF	65,94	83,43	25,79
Total-PeCDF	268,68	373,54	98,05
1,2,3,7,8-PeCDD	2,85	5,23	0,53
Total-PeCDD	68,28	63,24	4,50
1,2,3,4,7,8-HeCDF	119,17	94,74	33,60
1,2,3,6,7,8-HeCDF	22,14	24,67	6,76
2,3,4,6,7,8-HeCDF	13,20	13,53	4,69
1,2,3,7,8,9-HeCDF	24,09	< 0,20	2,43
Total-HeCDF	246,73	209,88	65,03
1,2,3,4,7,8-HeCDD	2,98	3,97	0,48
1,2,3,6,7,8-HeCDD	5,13	7,53	0,85
1,2,3,7,8,9-HeCDD	4,61	6,38	0,76
Total-HeCDD	89,61	114,07	14,40
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	54,71	67,14	18,33
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	73,43	28,58	11,78
Total-HpCDF	159,97	111,43	35,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	41,06	32,20	6,65
Total-HpCDD	85,48	67,18	11,12
OCDD	295,75	644,01	91,52
OCDF	443,75	906,71	55,37
I-TEQ	74,44	77,23	25,64
WHO05-TEQ	60,46	59,88	19,93



Diossine. Analisi per classi

Classe	BS-S-COM A pg/g	BS-S-COM R pg/g	BS-S-COM T pg/g
TCDD	6,2	16,0	0,6
PeCDD	68,3	63,2	4,5
HeCDD	89,6	114,1	14,4
HpCDD	85,5	67,2	11,1
OCDD	295,7	644,0	91,5
TCDF	311,1	374,5	106,1
PeCDF	268,7	373,5	98,1
HeCDF	246,7	209,9	65,0
HpCDF	160,0	111,4	35,0
OCDF	443,7	906,7	55,4
Σ PCDDs	545,4	904,5	122,1
Σ PCDFs	1430,2	1976,0	359,5
Σ PCDD/Fs	1975,5	2880,6	481,6
PCDDs/PCDFs	0,4	0,5	0,3
PCDFs/PCDDs	2,6	2,2	2,9



PCB analisi congenere specifica

Campione Concenrazione espressa in:		BS-S-COM A ng/g		BS-S-COM R ng/g		BS-S-COM T ng/g
PCB 1	<	0,002	<	0,004	<	0,002
PCB 3	<	0,002	<	0,004	<	0,002
PCB 10 + PCB 4	<	0,002	<	0,004	<	0,001
PCB 6		0,83	<	0,005	<	0,002
PCB 8	<	0,002	<	0,005	<	0,002
PCB 15		0,003	<	0,004	<	0,002
PCB 19	<	0,001	<	0,001	<	0,001
PCB 18		1,06		0,48		0,52
PCB 16		1,22		0,75		0,66
PCB 31 + PCB 28		33,31		27,75		16,49
PCB 33		1,05		0,45		0,37
PCB 22		0,17		0,63		0,26
PCB 37		0,004		0,03		0,11
PCB 54		0,01		0,01		0,003
PCB 52		27,07		23,56		7,78
PCB 49		5,77		6,42		2,98
PCB 44		5,75		6,80		2,90
PCB 41		8,20		9,96		3,77
PCB 40		0,04		0,08		0,03
PCB 74		14,44		15,16		7,06
PCB 70		31,40		27,53		11,43
PCB 66		27,18		33,66		13,11
PCB 60		1,69		6,10		2,23
PCB 81		0,14		0,18		0,05
PCB 77		1,58		2,31		0,72
PCB 104	<	0,001	<	0,003	<	0,001
PCB 95		34,57		17,67		12,75
PCB 84 + PCB 90		1,46		1,94		0,70
PCB 101		73,82		42,47		24,13
PCB 99		29,41		12,62		6,33
PCB 119		0,92		0,40		0,23
PCB 97		1,44		3,91		2,60
PCB 87		0,08		0,05		0,04
PCB 85		17,95		9,14		5,16
PCB 110		8,32		5,54		2,91



PCB 123	1,38	0,84	0,52
PCB 118	107,75	56,27	27,63
PCB 114	2,70	1,28	0,78
PCB 105	27,20	23,49	14,76
PCB 126	< 0,003	< 0,004	< 0,001
PCB 149	116,86	67,78	49,16
PCB 153 + PCB 168	206,44	121,98	83,75
PCB 141	23,73	10,98	6,62
PCB 137	5,80	1,24	0,85
PCB 138	155,04	70,77	45,66
PCB 158	11,53	1,83	3,99
PCB 129	3,15	0,99	0,73
PCB 128	8,37	12,24	5,64
PCB 167	5,96	3,73	2,18
PCB 156	16,75	8,43	5,28
PCB 157	3,85	1,84	1,41
PCB 169	0,02	0,02	0,01
PCB 177	24,84	15,22	10,73
PCB 171	7,62	4,72	4,18
PCB 180+ PCB 193	85,17	64,84	44,08
PCB 191	1,19	0,45	0,67
PCB 170	58,45	33,01	22,00
PCB 189	2,74	2,09	1,34
PCB 202	4,78	4,12	2,45
PCB 201	1,79	0,97	1,09
PCB 200	2,68	1,50	1,27
PCB 199	18,82	15,49	12,95
PCB 203	15,81	10,86	10,92
PCB 194	28,41	26,77	14,16
PCB 205	1,85	1,51	0,87
PCB 208	2,98	2,88	2,11
PCB 207	1,28	0,96	1,09
PCB 206	9,28	11,83	8,58
PCB 209	430,22	145,36	269,12
WHO05-TEQ	0,006	0,004	0,002
WHO98-TEQ	0,026	0,015	0,008



PCB analisi in classi

Campione	BS-S-COM A	BS-S-COM R	BS-S-COM T
Concenrazione espressa in:	ng/g	ng/g	ng/g
TETRA CL PCB	130,78	192,25	70,96
PENTA CL PCB	442,65	206,75	130,63
ESA CL PCB	628,24	582,65	313,23
EPTA CL PCB	187,29	202,89	83,90
OCTA CL PCB	110,75	113,46	58,72
NONA CL PCB	13,55	15,68	11,78
DECA CL PCB	430,22	145,36	269,12
PCB TOTALI	1992,40	1497,78	961,60



Metalli

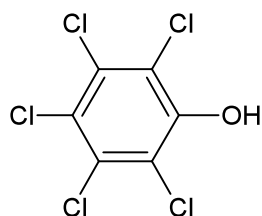
	S/T	S/A	S/R
	µg/g	µg/g	µg/g
Tl	<0,5	<0,5	<0,5
Mn	898,48	800,96	813,13
Cd	0,54	0,79	0,58
Hg	<0,01	<0,01	4,12
Pb	447,27	273,5	265,65
V	51,3	40,0	51,3
Cr	48,5	51,8	51,3
Co	0,20	0,19	0,13
Ni	49,21	61,62	49,89
Cu	58,20	81,94	49,06
As	38,26	79,14	27,53
Sn	2,90	5,10	3,76



Analisi di composti polari mediante HPLC/MS ad alta risoluzione

Analisi target

Della lista dei possibili inquinanti presenti nel terreno sono stati ricercati gli unici composti rilevabili con un'analisi in HPLC-MS/MS, pentaclorofenolo (PCP) [fig. 1] e Chlorothalonil [fig. 2].



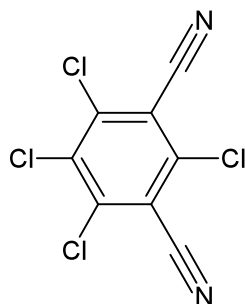
Pentachlorofenolo (PCP)

Molecular Formula = C_6HCl_5O

Monoisotopic Mass = 263.847003 Da

[M-H]⁻ = 262.839727 Da

Figura 1 Formula di struttura pentachlorofenolo (PCP)



Chlorothalonil

Molecular Formula = $C_8Cl_4N_2$

Monoisotopic Mass = 263.881559 Da

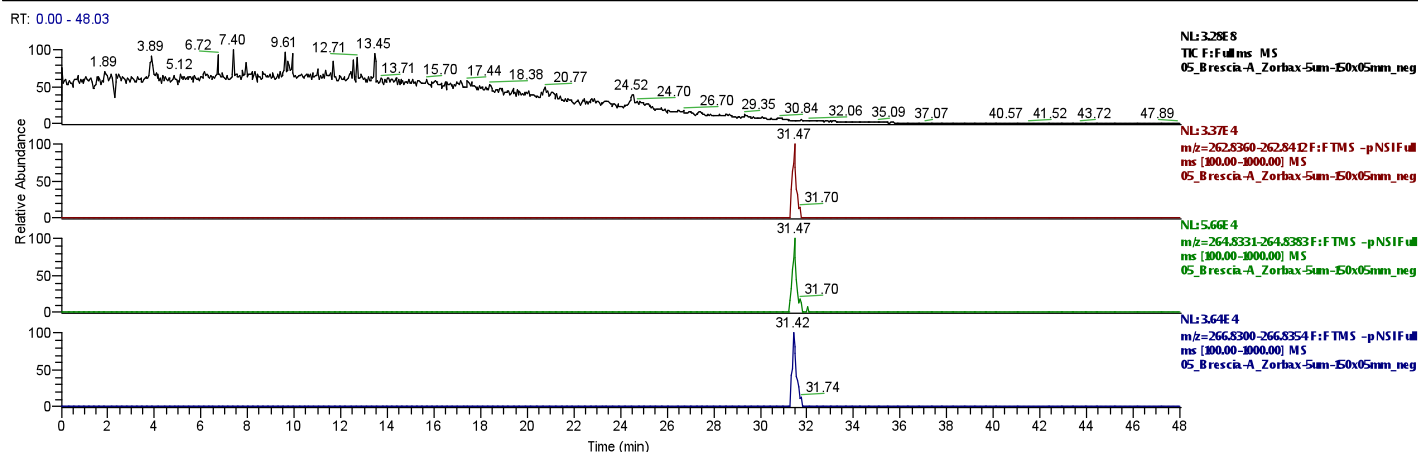
[M+H]⁺ = 264.888835 Da

Il PCP è stato trovato nei campioni A [fig. 3] e T [fig. 5], e solo in tracce nel campione R [fig. 4]. A conferma della presenza di questo composto sono presenti i principali valori isotopici m/z dovuti alla presenza di cinque atomi di cloro all'interno della molecola. Chlorothalonil non è stato ritrovato in nessuno dei campioni analizzati.



05_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_neg

5/17/2014 8:48:31 PM



05_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_neg #2857 RT: 31.42 AV: 1 NL: 4.17E4
F: FTMS -p NSI Full ms [100.00-1000.00]

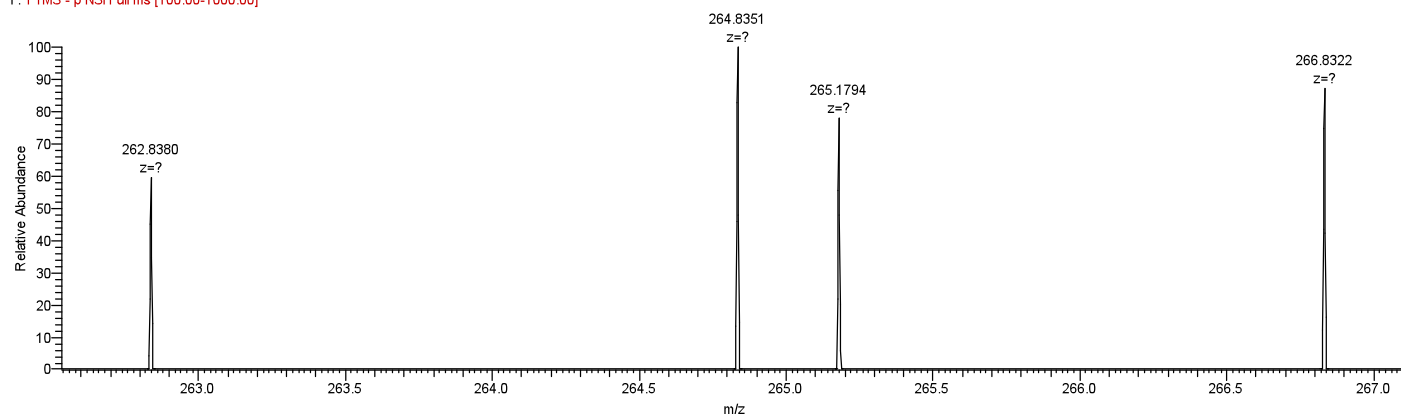
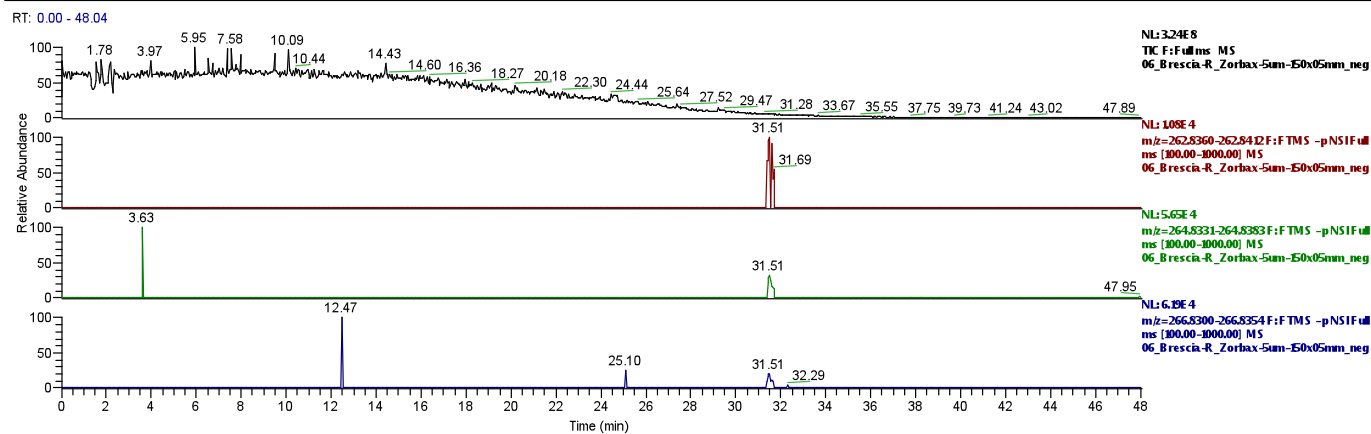


Figura 3 Spettro di MS Campione A (LTQ Orbitrap XL - ioni negativi)



06_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_neg

5/17/2014 9:49:30 PM



06_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_neg #2869 RT: 31.42 AV: 1 NL: 4.88E4
F: FTMS - p NSI Full ms [100.00-1000.00]

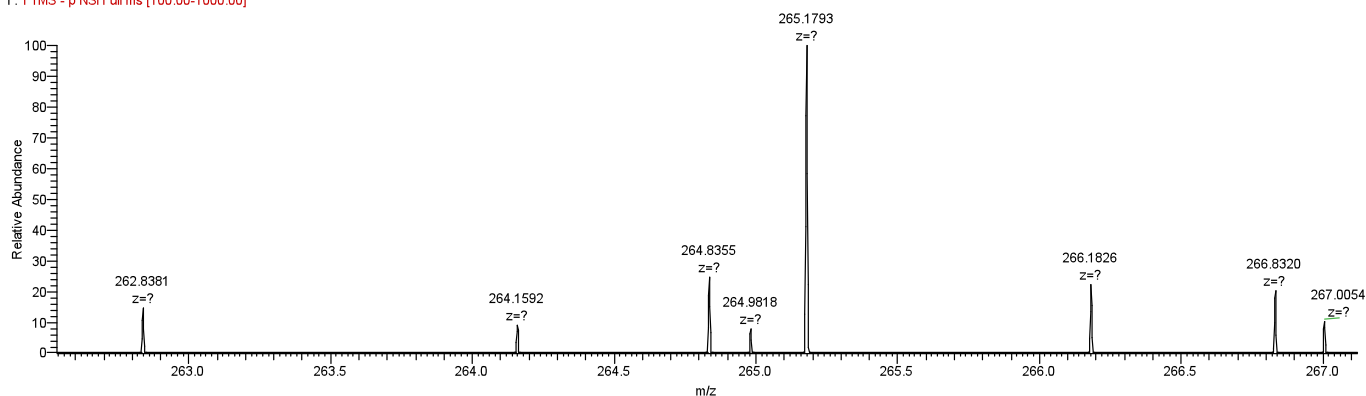
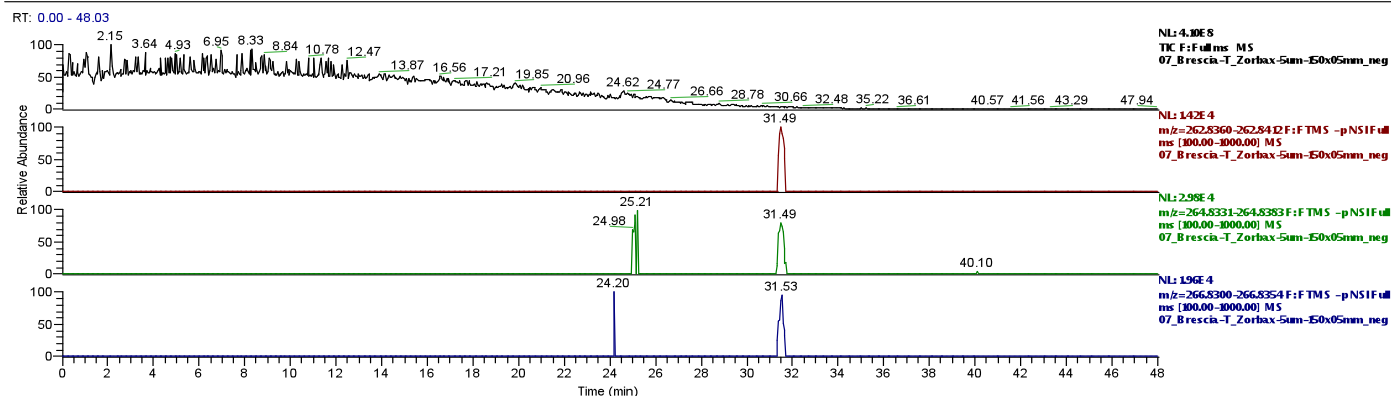


Figura 4 Spettro di MS Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni negativi)



07_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_neg

5/17/2014 10:50:22 PM



07_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_neg #2857 RT: 31.44 AV: 1 NL: 3.24E4
F: FTMS - p NSI Full ms [100.00-1000.00]

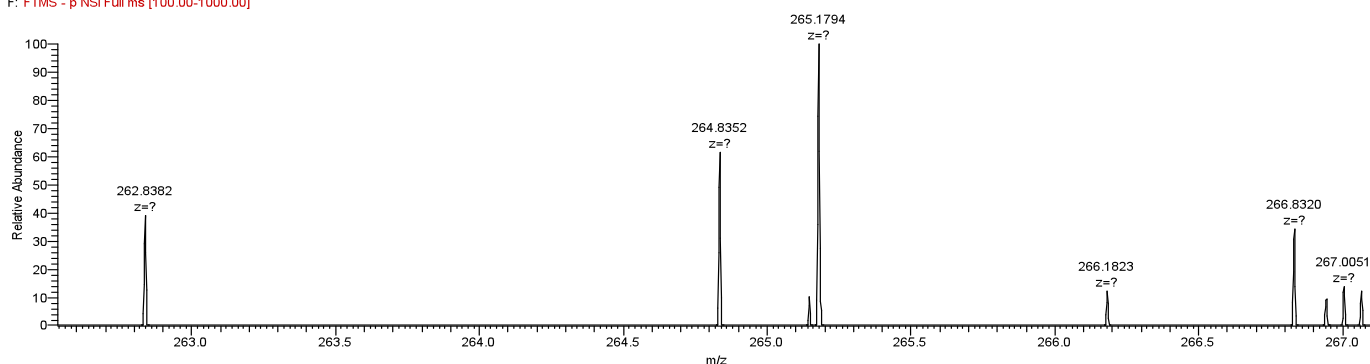


Figura 5 Spettro di MS Campione T (LTQ Orbitrap XL - ioni negativi)

Analisi qualitativa

Dall'analisi qualitativa è emersa la presenza in tutti i campioni di un composto con m/z 387.1806, presente come addotto con l'ammonio e di valore m/z 404.2070 [fig. 6,7,8]. Non è stata identificata con esattezza la formula di struttura relativa al picco di interesse ma la frammentazione in MS/MS mostra una perdita sequenziale di gruppi ossidrilici.



01_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 4:44:47 PM

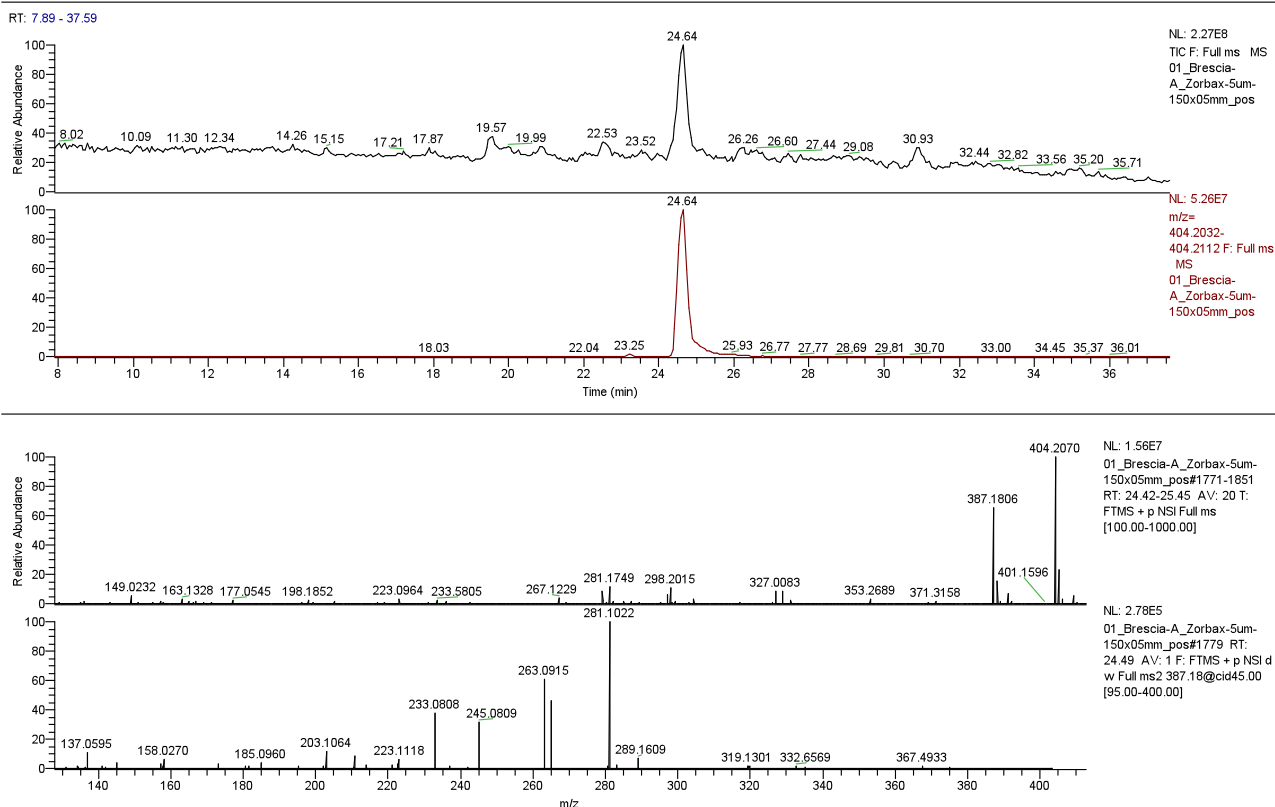


Figura 6 Spettro di MS e di MS-MS del composto incognito - Campione A (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



02_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 5:45:43 PM

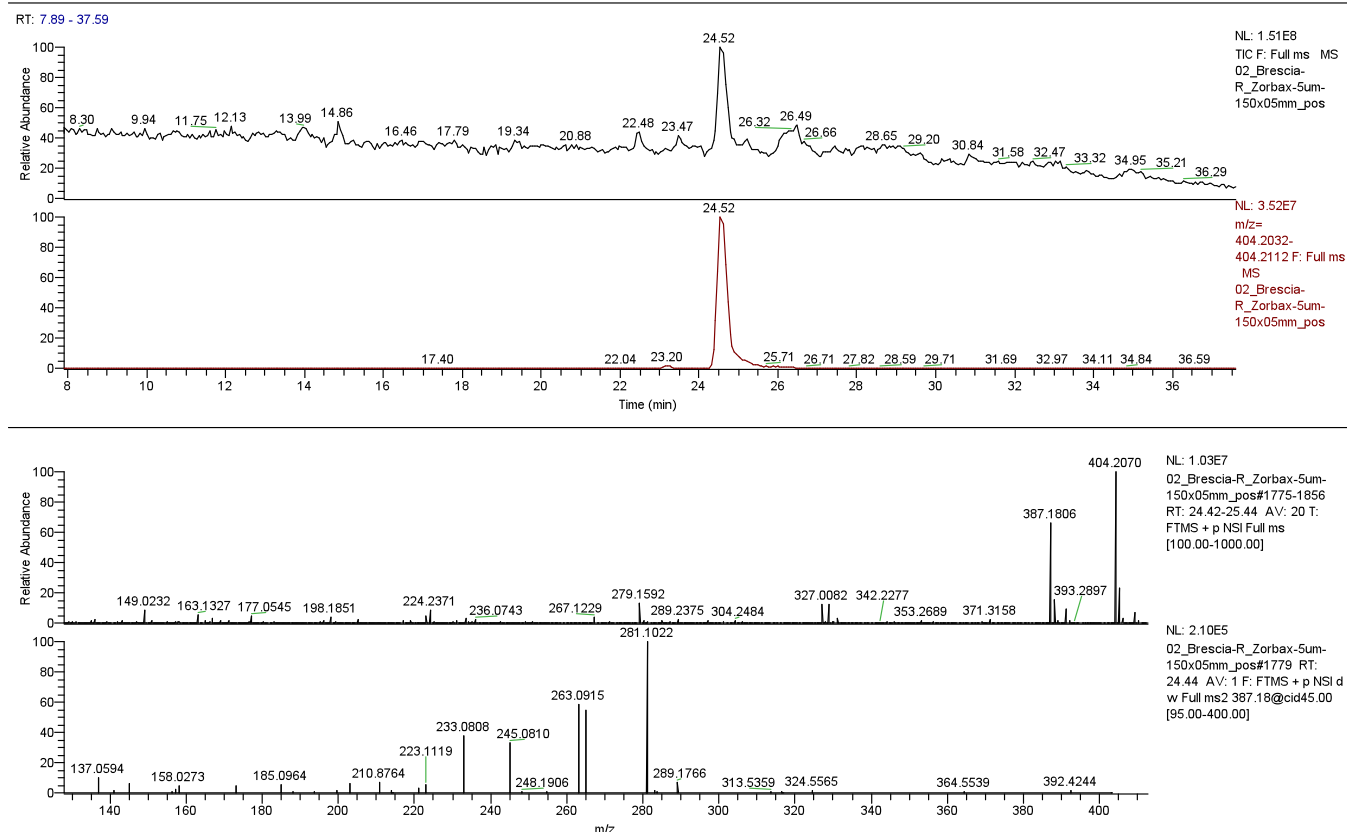


Figura 7 Spettro di MS e di MS-MS del composto incognito - Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



03_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 6:46:36 PM

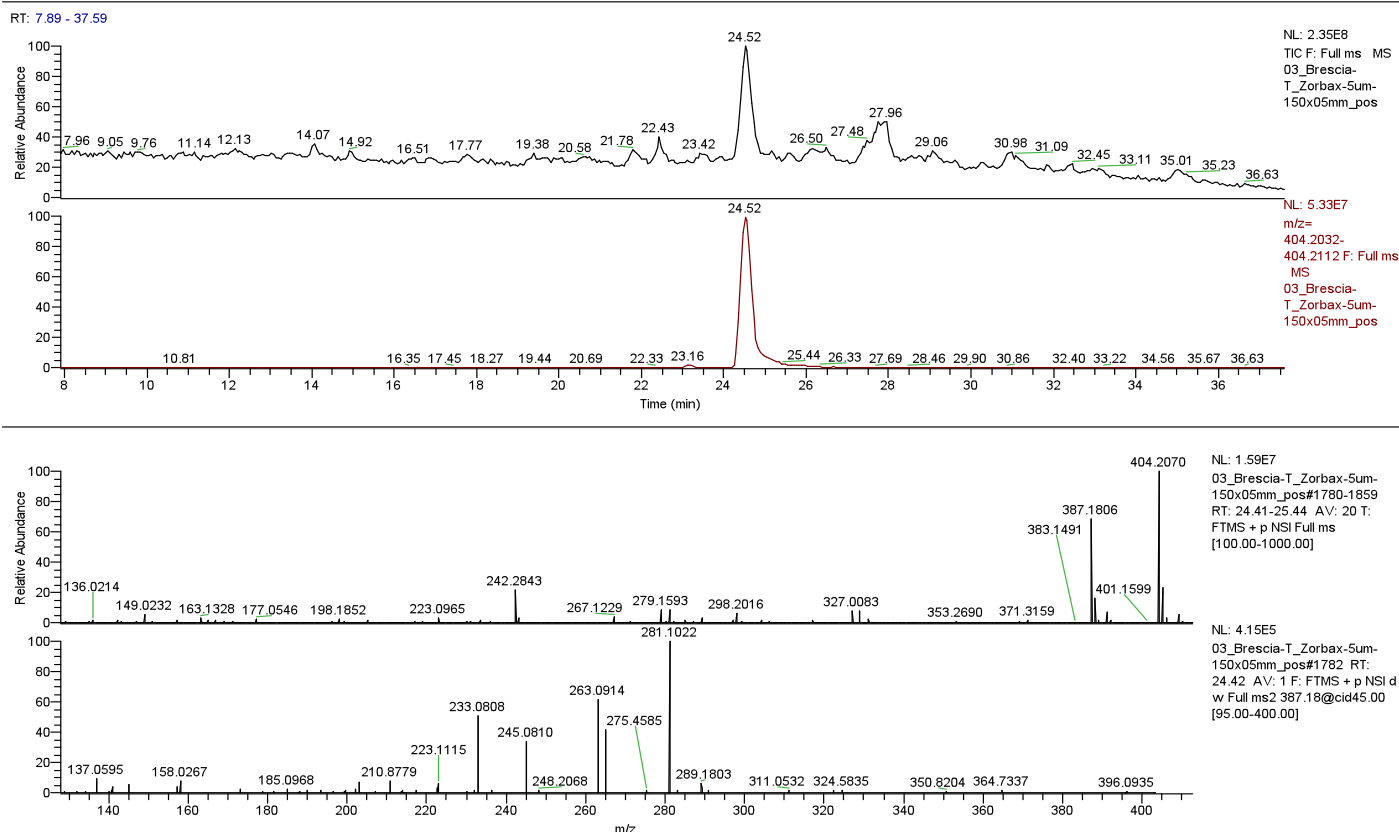


Figura 8 Spettro di MS e di MS-MS del composto incognito - Campione T (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)

Oltre al picco di maggiore intensità sono presenti altri picchi cromatografici relativi a composti incogniti. Ciò che accomuna tutti i composti ritrovati è, la presenza dell' addotto con l'ammonio e una frammentazione in MS/MS caratterizzata dalla perdita sequenziale di gruppi ossidrilici.

Nelle fig. 9, 10, 11 sono presentati gli spettri per il composto con m/z 251.1854 rispettivamente nei campioni A, R, T.



01_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 4:44:47 PM

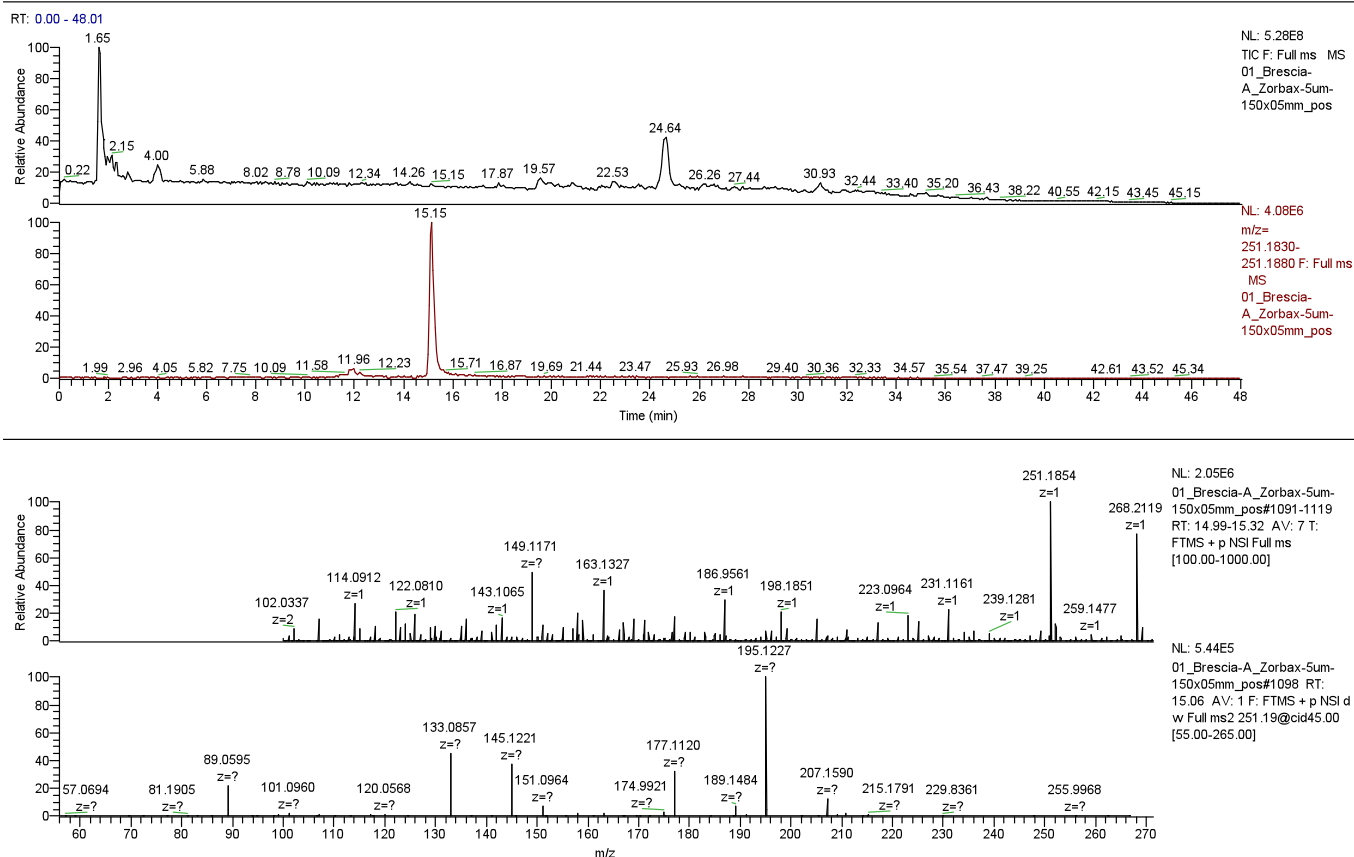


Figura 9 Spettro di MS e di MS-MS - Campione A (LTQ Orbitrap XL – ioni positivi)



02_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 5:45:43 PM

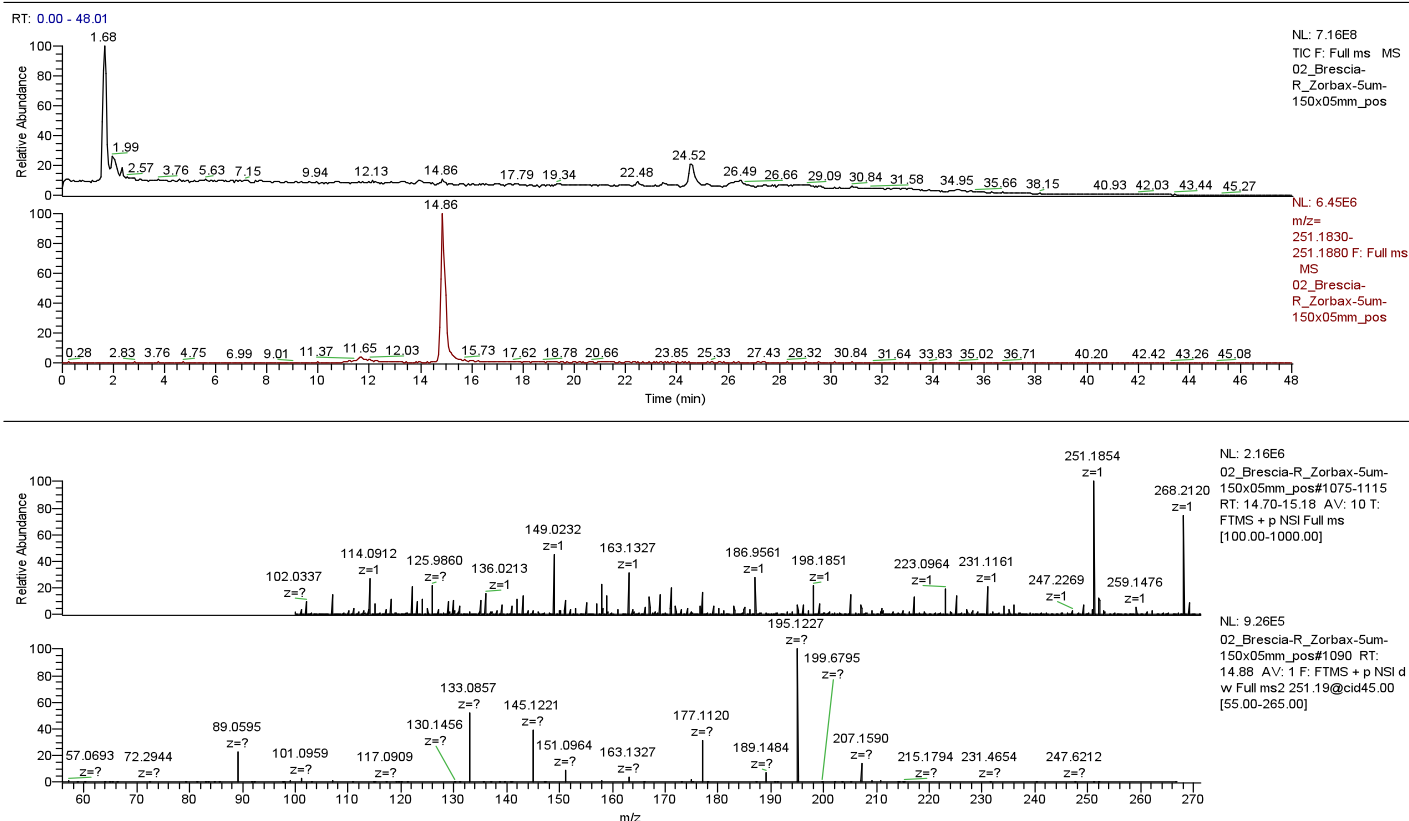
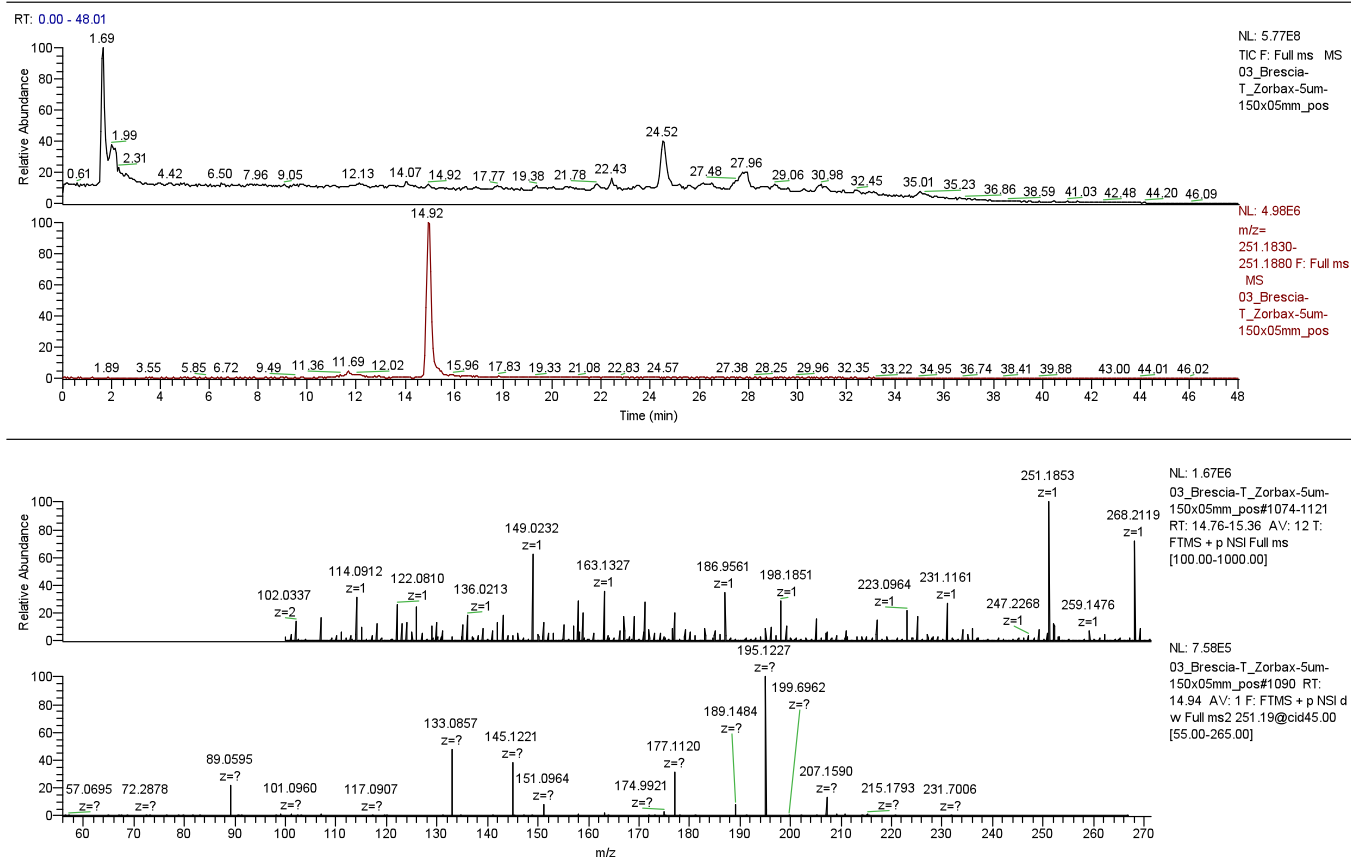


Figura 10 Spettro di MS e di MS-MS - Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



03_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 6:46:36 PM



Spettro di MS e di MS-MS - Campione T (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)

Figura 11

Nelle fig. 12, 13, 14 sono presentati gli spettri per il composto di rapporto m/z 207.1590 rispettivamente nei campioni A, R, T.



01_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 4:44:47 PM

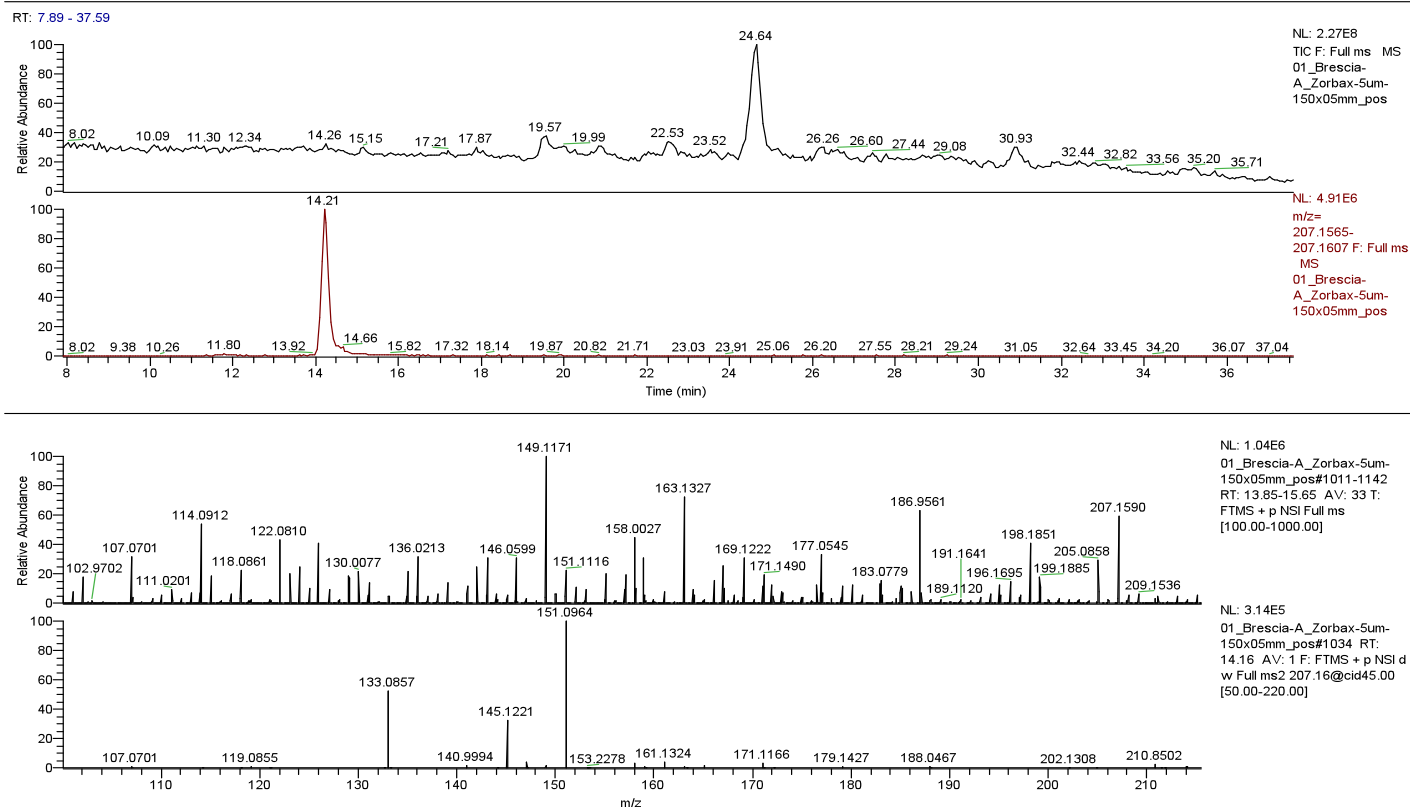


Figura 12 Spettro di MS e di MS-MS - Campione A (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



02_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 5:45:43 PM

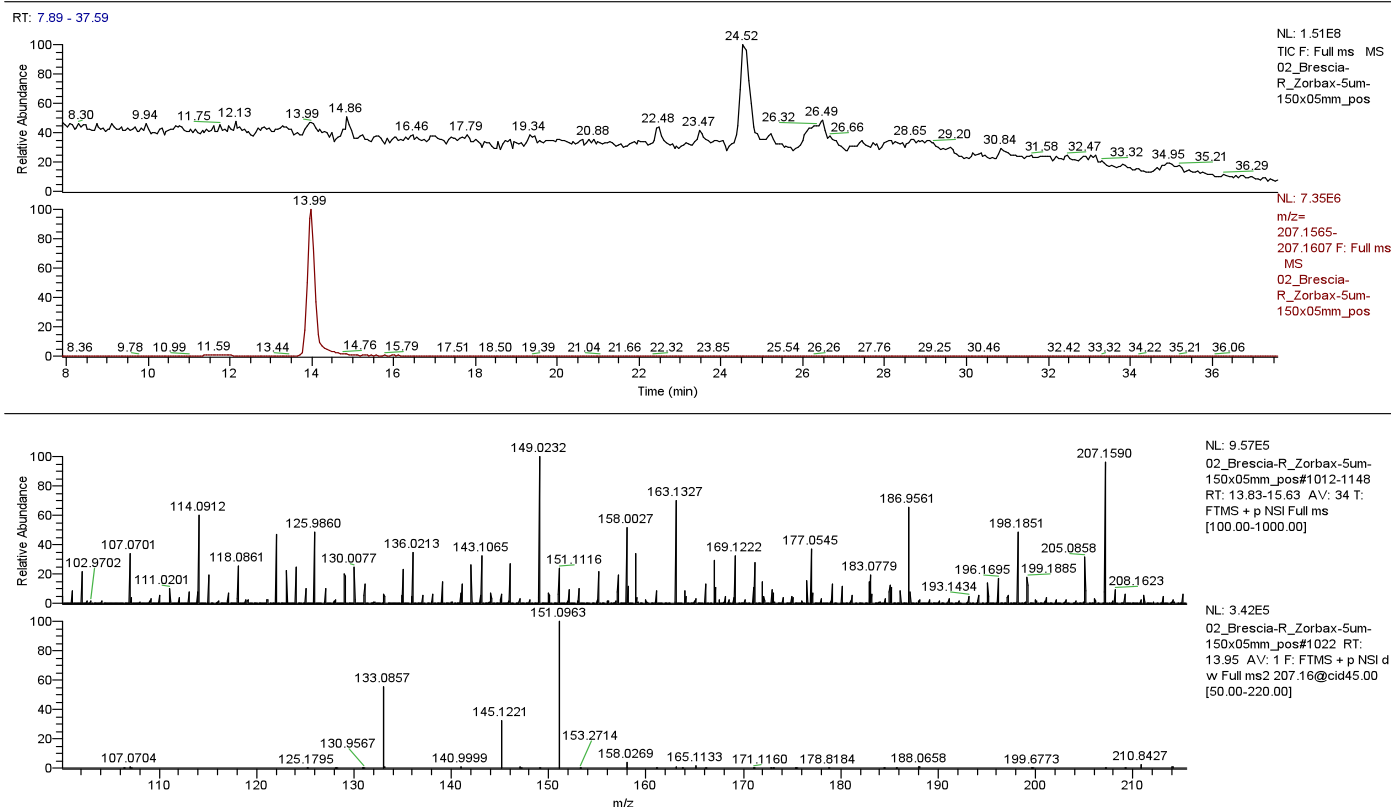


Figura 13 Spettro di MS e di MS-MS - Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



I3_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 6:46:36 PM

RT: 7.89 - 37.59

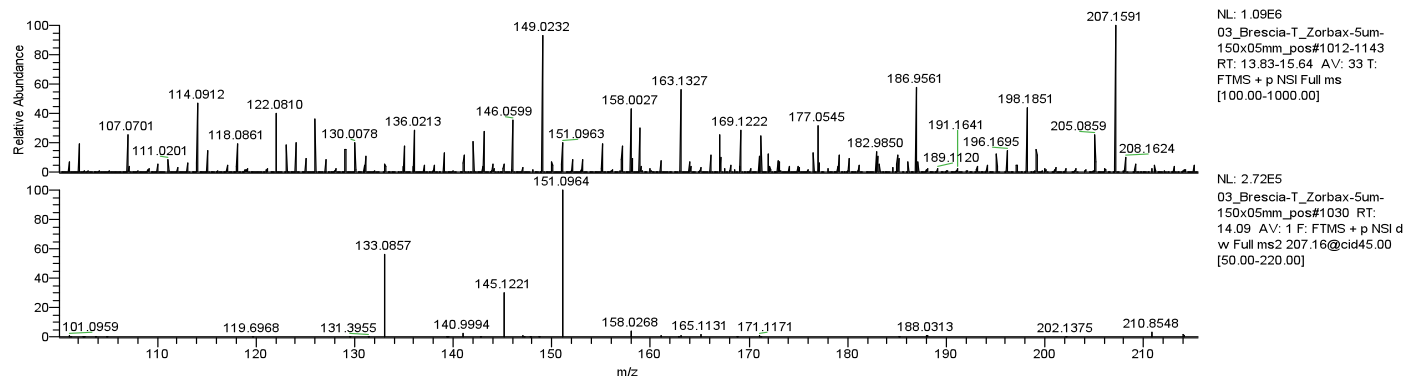
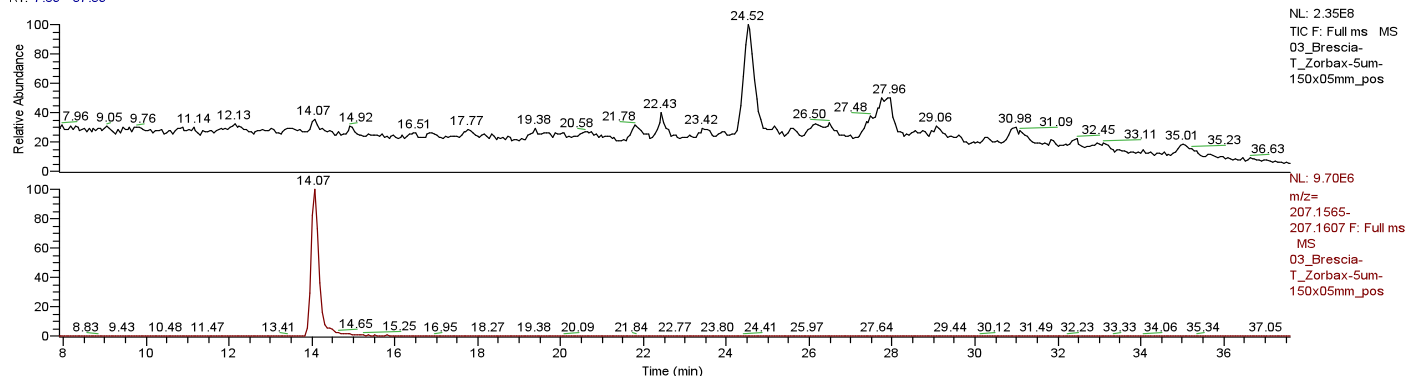


Figura 14 Spettro di MS e di MS-MS - Campione T (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



Nelle fig. 15, 16, 17 sono presentati gli spettri per il composto di rapporto m/z 269.2114 rispettivamente nei campioni A, R, T.

01_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 4:44:47 PM

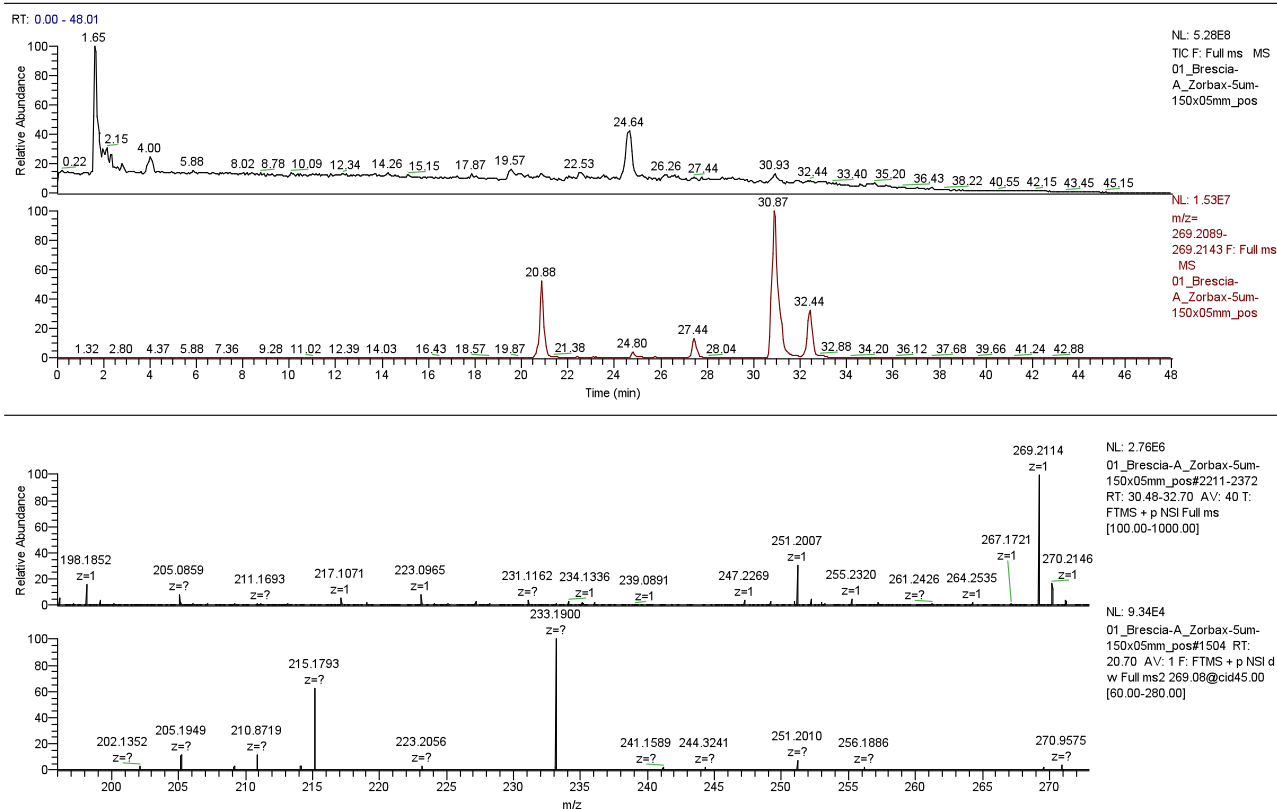


Figura 15 Spettro di MS e di MS-MS - Campione A (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



02_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 5:45:43 PM

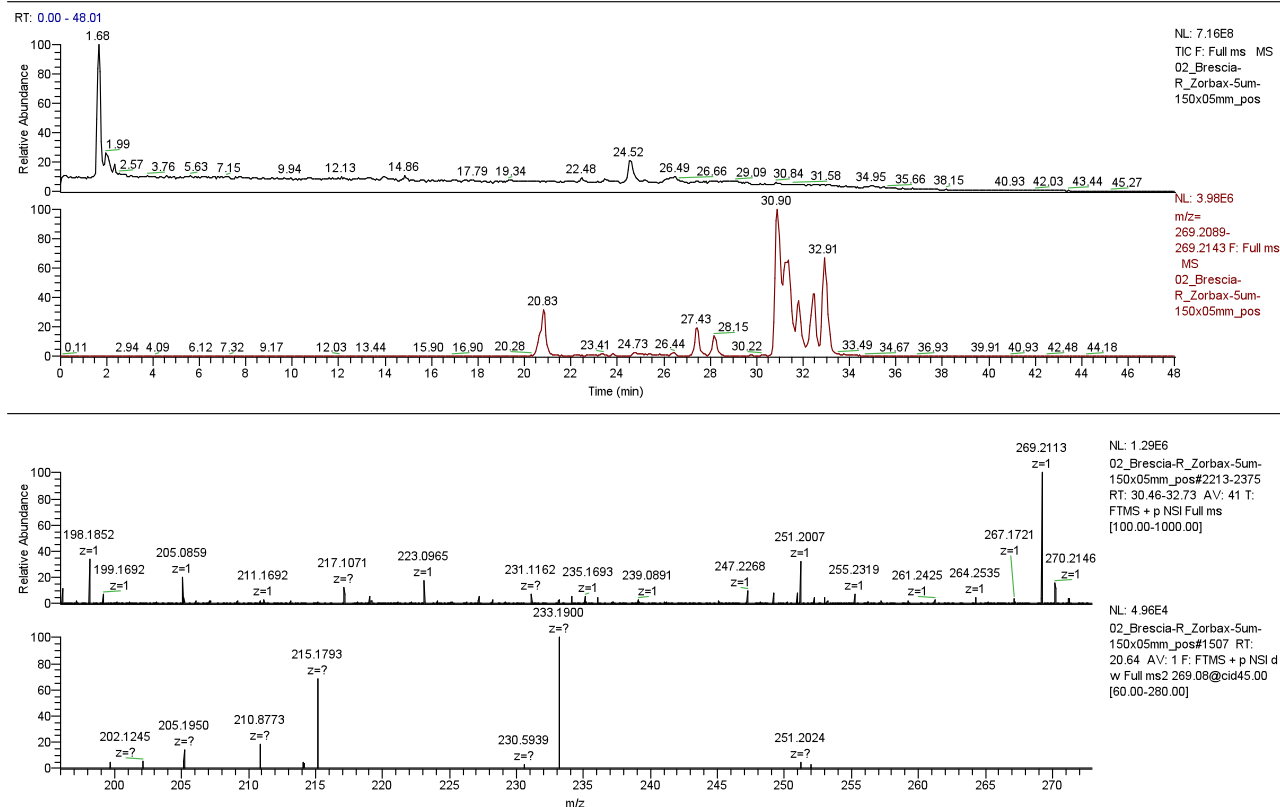


Figura 16 Spettro di MS e di MS-MS - Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



01_Brescia-A_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 4:44:47 PM

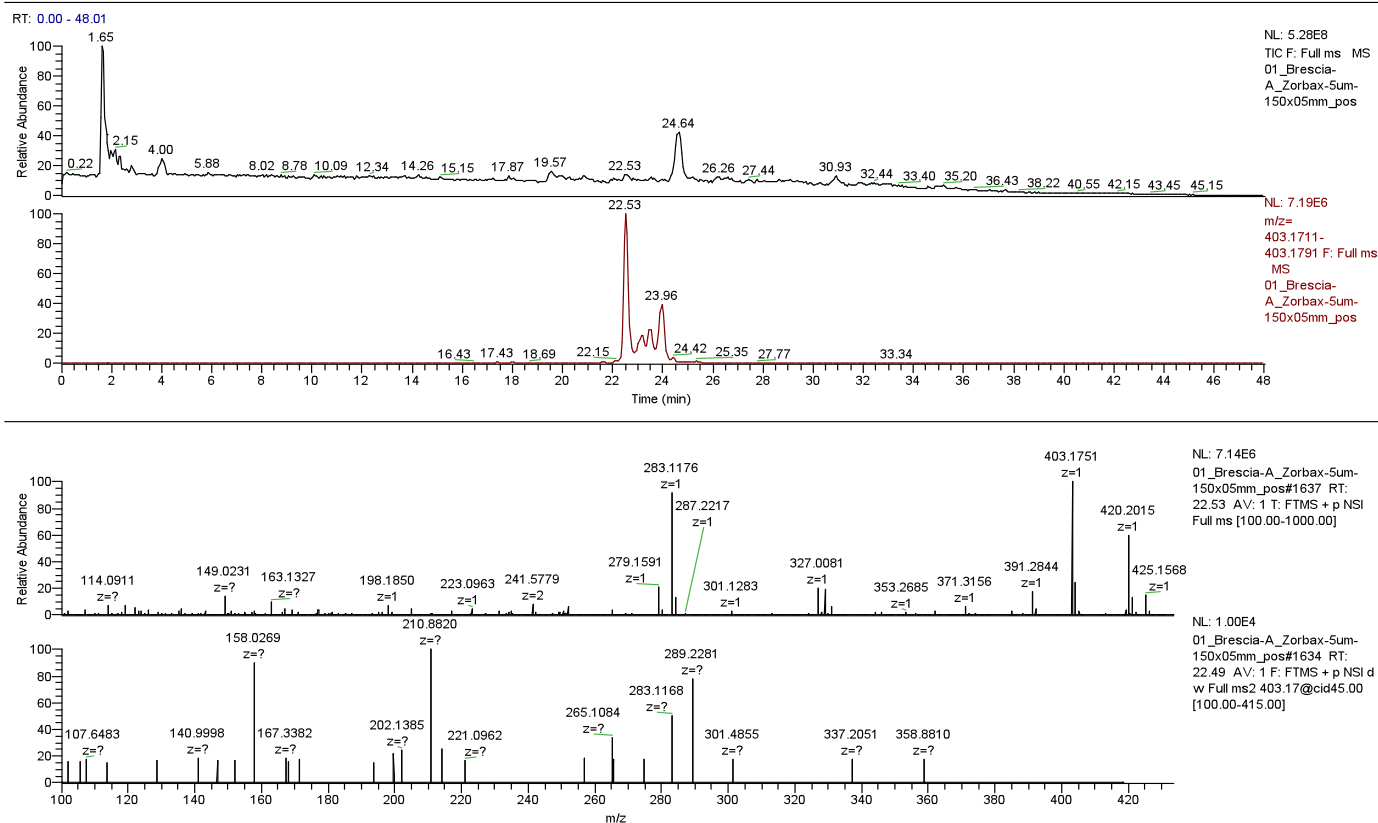


Figura 18 Spettro di MS e di MS-MS - Campione A (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



02_Brescia-R_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 5:45:43 PM

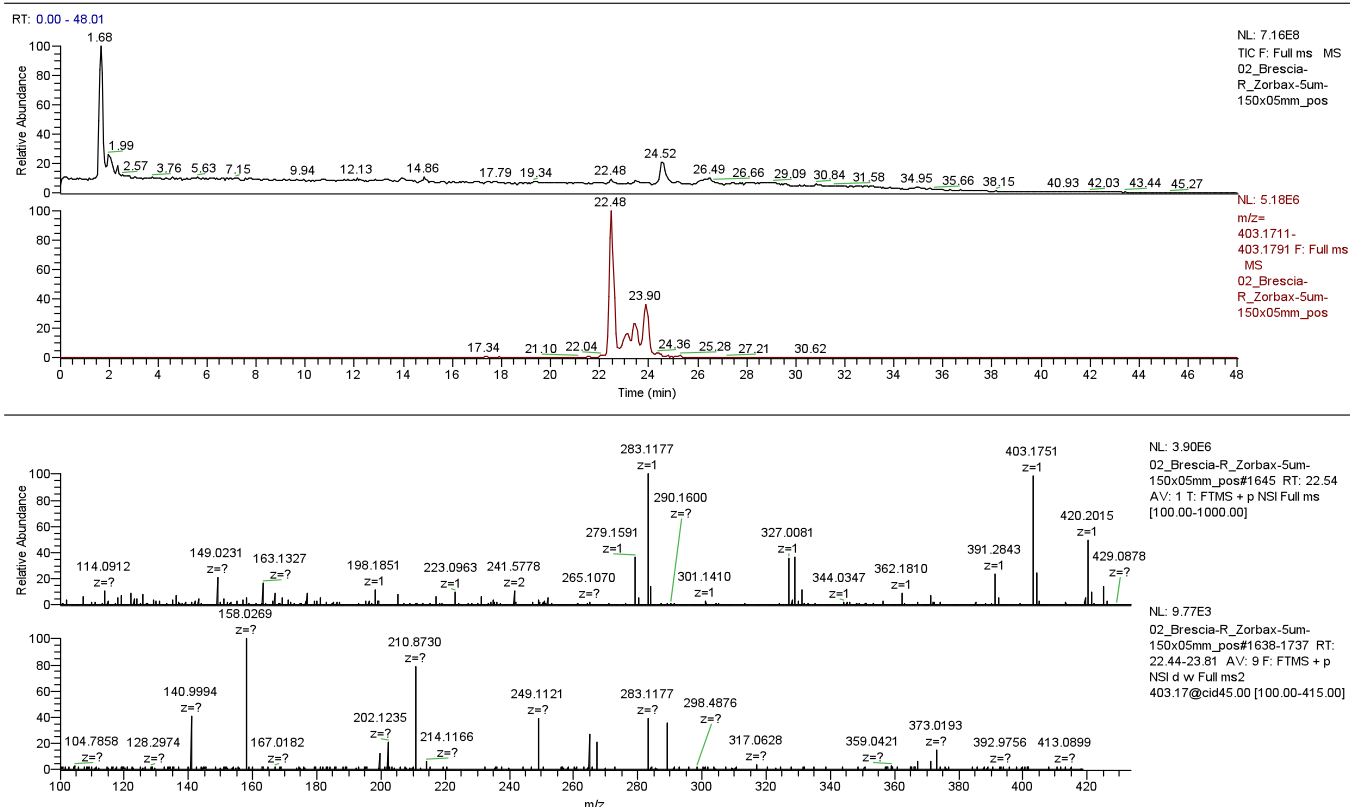
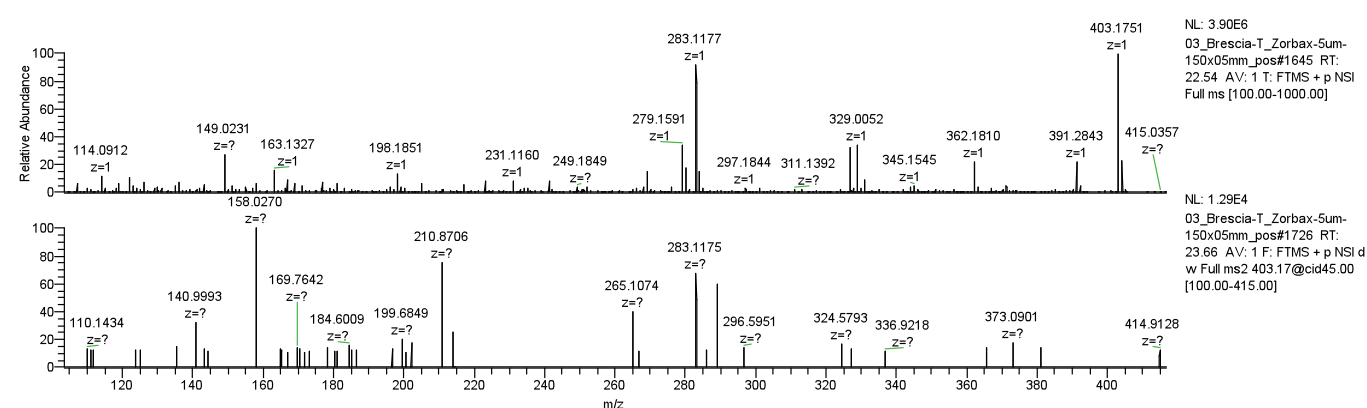
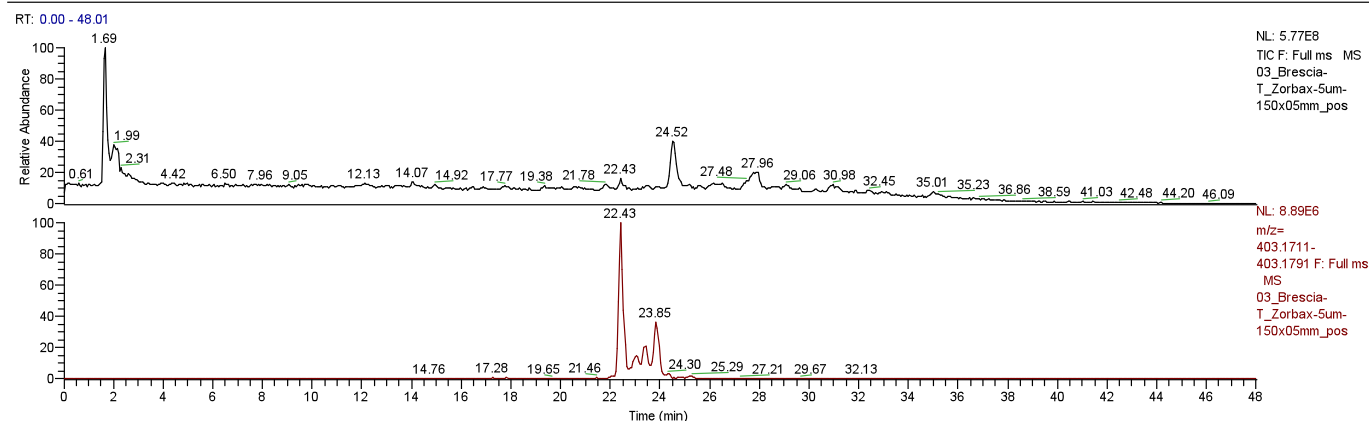


Figura 19 Spettro di MS e di MS-MS - Campione R (LTQ Orbitrap XL - ioni positivi)



03_Brescia-T_Zorbax-5um-150x05mm_pos

5/17/2014 6:46:36 PM





Analisi qualitativa in full scan dei composti persistenti.

I campioni estratti e concentrati ed analizzati per la presenza di PCB, sono stati anche analizzati mediante GC/MS a bassa risoluzione.

I campioni sono simili come concentrazione di composti ritrovati. Sostanzialmente presentano una grandissima presenza di PCB, il congenere principale è il decacloro (PCB209) che ben si nota nel cromatogramma a RT 28.89, qui sotto riportato. Viene anche riportata la identificazione automatica con la library NIST e Wiley NBS da oltre 100.000 spettri di massa, e ben si nota come i composti presenti siano sostanzialmente PCB, idrocarburi alifatici ed alcuni PCN.

E' stata inoltre ricercata specificatamente la presenza di alcuni composti, non identificati in automatico dalla library, quali:

DDT, DDD (non rilevati) mentre è stato trovato in tutti e tre i campioni il DDE.

per i PCN sono stati identificati da tri- a octa (non identificati gli isomeri).

per i PCT sono stati identificati da penta in su (non identificati gli isomeri).

Il clorotalonil non è stato ritrovato (< 200 ng/g)

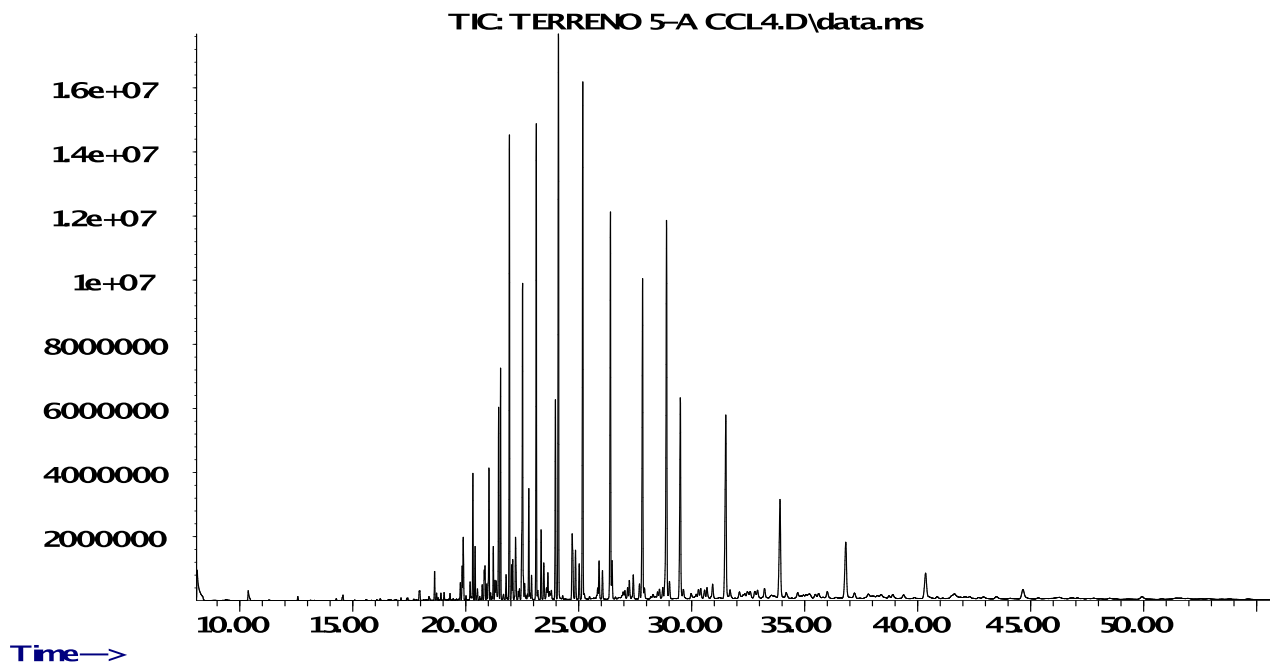
Il lindano è stato ritrovato nei campioni.

I composti identificati e sopracitati sono orientativamente presenti in concentrazioni nell'ordine di qualche decina di ng/g.

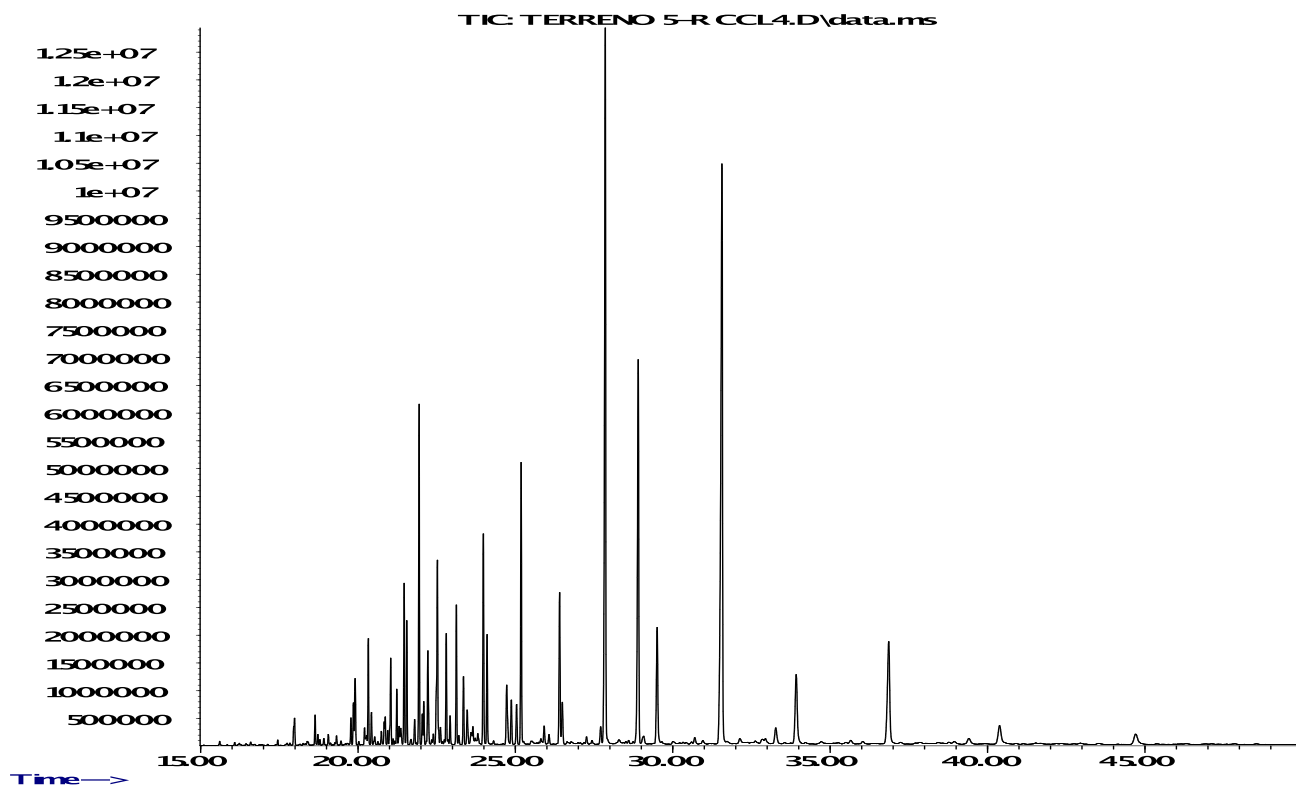
Seguono i cromatogrammi ed, in tabella, le identificazioni automatiche dei tre terreni analizzati, a scopo esemplificativo della presenza di contaminanti.



Abundance



Abundance





D:\dati5973\Giancarlo\Terreni Brescia-Caffaro 10-06-14\TERRENO 5-A CCL4.D

PBM Apex minus start of
peak

Wed Jun 11 16:18:49 2014

PK	RT	Area Pct	Library/ID	CAS
1	8,1159	1,2712	Cyclopentasiloxane, decamethyl-	000541-02-6
2	10,3791	0,2168	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl-	000540-97-6
3	12,5738	0,0531	Cycloheptasiloxane, tetradecamethyl-	000107-50-6
4	14,5684	0,0974	Cyclohexane, 5-isocyanato-1-(isocyanatomethyl)-1,3,3-trimethyl-	004098-71-9
5	17,9462	0,1029	1,1'-Biphenyl, 2,4',5'-trichloro-	016606-02-3
6	17,969	0,1071	1,1'-Biphenyl, 2,3',5'-trichloro-	038444-81-4
7	18,3748	0,0672	Naphthalene, 1,4,6,7-tetrachloro-	055720-43-9
8	18,6263	0,3247	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
9	18,712	0,0828	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
10	18,9063	0,0923	Naphthalene, 1,4,6,7-tetrachloro-	055720-43-9
11	19,0435	0,0856	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
12	19,3064	0,078	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4'-tetrachloro-	041464-43-1
13	19,7636	0,2098	1,1'-Biphenyl, 2,3',4',5'-tetrachloro-	032598-11-1
14	19,8437	0,3849	1,1'-Biphenyl, 3,3',4,4'-tetrachloro-	032598-13-3
15	19,8894	0,884	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4'-pentachloro-	052663-62-4
16	20,0151	0,0494	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
17	20,198	0,2246	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
18	20,318	1,2908	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
19	20,4152	0,5588	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6'-pentachloro-	038380-03-9
20	20,5238	0,1672	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
21	20,6209	0,0444	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
22	20,7295	0,1743	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6'-pentachloro-	038380-03-9
23	20,821	0,3177	Benzene, 1,1'-(dichloroethenylidene)bis[4-chloro-	000072-55-9
24	20,8553	0,3799	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
25	20,9353	0,177	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6'-pentachloro-	038380-03-9
26	21,0324	1,5669	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
27	21,1067	0,0846	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
28	21,221	0,5588	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
29	21,2953	0,24	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
30	21,3468	0,3351	Tridecane, 1-iodo-	035599-77-0
31	21,4554	2,0841	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
32	21,5468	2,372	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
33	21,6726	0,0992	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1
34	21,7869	0,3221	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
35	21,9354	4,7691	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5'-hexachloro-	038380-08-4
36	22,0326	0,407	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
37	22,0841	0,4616	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
38	22,2098	1,0057	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
39	22,3298	0,1081	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5'-hexachloro-	038380-08-4
40	22,3813	0,1465	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',6,6'-hexachloro-	038411-22-2
41	22,5184	4,5136	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
42	22,6099	0,2335	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6'-heptachloro-	052663-67-9
43	22,7356	0,0691	Chromone, 3,5-dibromo-6-hydroxy-2-methyl-	030095-77-3
44	22,7928	1,2669	2,2',3,3',4,5',6'-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7



45	22,8499	0,0873	Anthracene, 1,8-dibromo-	131276-24-9
46	22,9128	0,3042	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
47	23,1242	5,1231	Octadecane	000593-45-3
48	23,1928	0,138	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
49	23,3414	0,8617	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6-heptachloro-	052663-67-9
50	23,4557	0,547	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6-heptachloro-	052663-67-9
51	23,5757	0,2111	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
52	23,6386	0,393	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',6,6'-hexachloro-	038411-22-2
53	23,7129	0,1164	Tricosane	000638-67-5
54	23,7929	0,1387	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5,6'-Heptachloro-	060145-23-5
55	23,9701	2,536	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,5,5',6-heptachloro-	074472-51-8
56	24,1073	7,4247	Hexacosane	000630-01-3
57	24,2959	0,0522	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5,6,6'-octachloro-	074472-52-9
58	24,7131	1,457	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
59	24,8617	0,7297	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5,6,6'-octachloro-	074472-52-9
60	25,0217	0,5079	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,5'-octachloro-	035694-08-7
61	25,1818	6,8462	Heptacosane	000593-49-7
62	25,2503	0,0913	3,6-Dibromo-2,7-dihydroxyfluoren-9-one	084487-72-9
63	25,839	0,159	Octacosane	000630-02-4
64	25,9019	0,5834	Pentacosane, 1-bromo-	062108-45-6
65	26,0562	0,4235	Hexacosane, 9-octyl-	055429-83-9
66	26,4048	5,6233	Octadecane, 1-iodo-	000629-93-6
67	26,4791	0,6594	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6-octachloro-	052663-78-2
68	26,9706	0,2561	Hexatriacontane	000630-06-8
69	27,0449	0,176	Decane, 3-ethyl-3-methyl-	017312-66-2
70	27,1707	0,2116	Octacosane	000630-02-4
71	27,2392	0,3516	Hexacosane	000630-01-3
72	27,4164	0,4665	Octacosane	000630-02-4
73	27,6908	0,2922	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachloro-	052663-79-3
74	27,8279	5,3211	Octacosane	000630-02-4
75	27,9137	0,23	Cyclopentane, heneicosyl-	006703-82-8
76	28,2909	0,1433	Naphthalene, octachloro-	002234-13-1
77	28,4909	0,1547	Tetratetracontane	007098-22-8
78	28,5766	0,2239	Sulfurous acid, hexyl pentadecyl ester	1000309-13-7
79	28,7252	0,2528	Dodecane, 4-methyl-	006117-97-1
80	28,891	7,2581	Decachlorobiphenyl	002051-24-3
81	29,0167	0,3746	Octacosane	000630-02-4
82	29,5025	4,0701	Heneicosane	000629-94-7
83	29,634	0,2706	Cyclopentane, nonyl-	002882-98-6
84	29,9769	0,1873	n-Heptadecylcyclohexane	019781-73-8
85	30,2055	0,1692	Tridecane, 7-methyl-	026730-14-3
86	30,3027	0,2529	1-Triacontanol	000593-50-0
87	30,3998	0,264	Hexane, 2,3,5-trimethyl-	001069-53-0
88	30,5713	0,2322	Tridecane, 4-methyl-	026730-12-1
89	30,6799	0,3086	Triacontane	000638-68-6
90	30,9313	0,4083	11,15-Dimethylheptatriacontane	056987-89-4
91	31,5086	4,4888	Hentriacontane	000630-04-6
92	31,7029	0,2892	Cyclopentane, heneicosyl-	006703-82-8
93	32,1144	0,2489	Cyclohexane, undecyl-	054105-66-7
94	32,3545	0,1362	3-Octene-2,6-dione, 5,5,7-trimethyl-, (E)-	077142-73-5



95	32,4573	0,2746	Methoxyacetic acid, 3-pentadecyl ester	1000282-05-2
96	32,5888	0,2449	Tetradecane, 5-methyl-	025117-32-2
97	32,8002	0,2536	11,15-Dimethylheptatriacontane	056987-89-4
98	32,9145	0,2755	Octacosane	000630-02-4
99	33,2232	0,3154	Methoxyacetic acid, 2-pentadecyl ester	1000282-05-1
100	33,9147	2,9215	Heneicosane, 11-decyl-	055320-06-4
101	34,1833	0,2512	Cyclopentane, nonyl-	002882-98-6
102	34,6977	0,2498	n-Heptadecylcyclohexane	019781-73-8
103	35,4807	0,1396	Methoxyacetic acid, 4-tetradecyl ester	1000282-05-0
104	35,6179	0,1749	Tricosane, 2-methyl-	001928-30-9
105	36,0065	0,2308	Methoxyacetic acid, 2-pentadecyl ester	1000282-05-1
106	36,8238	1,9694	Octacosane	000630-02-4
107	37,201	0,1962	Chloromethyl 3-chlorohexanoate	080418-54-8
108	37,824	0,1278	n-Heptadecylcyclohexane	019781-73-8
109	38,9042	0,1841	Ergost-8(14)-en-3-ol, acetate, (3.beta.,5.alpha.)-	004042-95-9
110	39,3786	0,2023	Methoxyacetic acid, 3-tridecyl ester	1000282-04-6
111	40,3559	1,0247	Heptacosane	000593-49-7
112	41,6361	0,2813	Octacosane	000630-02-4
113	44,6652	0,5437	Hexatriacontane	000630-06-8



D:\dati5973\Giancarlo\Terreni Brescia-Caffaro 10-06-14\TERRENO 5-R CCL4.D
PBM Apex minus start of
peak

Fri Jun 13 12:11:14 2014

PK	RT	Area Pct	Library/ID	CAS
1	10,3963	0,1591	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl-	000540-97-6
2	12,5853	0,079	Cycloheptasiloxane, tetradecamethyl-	000107-50-6
3	14,5513	0,0521	Benzoic acid, 2,4-bis[(trimethylsilyl)oxy]-, trimethylsilyl ester	010586-16-0
4	15,6087	0,0705	Tetratriacontane	014167-59-0
5	16,083	0,0397	Heneicosane	000629-94-7
6	16,5917	0,0457	Naphthalene, 1,3,7-trichloro-	055720-37-1
7	17,4547	0,0678	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	000084-69-5
8	17,9862	0,5729	1,1'-Biphenyl, 2,3,4-trichloro-	055702-46-0
9	18,392	0,0579	Naphthalene, 1,3,5,7-tetrachloro-	053555-64-9
10	18,6378	0,4003	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
11	18,7292	0,1461	1,1'-Biphenyl, 2,3,4',6-tetrachloro-	052663-58-8
12	18,7921	0,077	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
13	18,9178	0,1097	Naphthalene, 1,4,6,7-tetrachloro-	055720-43-9
14	19,0607	0,1516	1,1'-Biphenyl, 2,3,4',6-tetrachloro-	052663-58-8
15	19,3179	0,1264	1,1'-Biphenyl, 2,3,4',6-tetrachloro-	052663-58-8
16	19,4608	0,0612	Naphthalene, 1,2,3,4-tetrachloro-	020020-02-4
17	19,7808	0,3547	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4-tetrachloro-	052663-59-9
18	19,8551	0,538	1,1'-Biphenyl, 3,3',4,4'-tetrachloro-	032598-13-3
19	19,9123	1,1868	1,1'-Biphenyl, 3,3',4,4'-tetrachloro-	032598-13-3
20	20,0266	0,0457	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',6-Pentachloro-	039485-83-1
21	20,2095	0,2285	1,1'-Biphenyl, 2,2',3',4,5-Pentachloro-	041464-51-1
22	20,2495	0,068	1,1'-Biphenyl, 2,3,4,5-tetrachloro-	033284-53-6
23	20,2723	0,1283	1,1'-Biphenyl, 2,2',5,6-Tetrachloro-	041464-41-9
24	20,3295	1,273	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
25	20,4266	0,4101	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
26	20,5353	0,1536	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
27	20,6324	0,0348	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,5'-pentachloro-	038380-02-8
28	20,7467	0,1765	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
29	20,8325	0,2708	Benzene, 1,1'-(dichloroethenyldiene)bis[4-chloro-	000072-55-9
30	20,8667	0,3527	1,1'-Biphenyl, 2,3',4,4',5-pentachloro-	031508-00-6
31	20,9468	0,1723	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,6-Pentachloro-	074472-35-8
32	21,0382	1,2383	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
33	21,1182	0,074	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
34	21,1754	0,0469	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
35	21,2382	0,6751	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,6'-hexachloro-	038380-05-1
36	21,3068	0,2705	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1
37	21,3583	0,3087	10H-Phenothiaphosphine, 7-chloro-2-fluoro-10-hydroxy-, 10-oxide	054934-84-8
38	21,4668	1,9846	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
39	21,5526	1,59	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
40	21,684	0,0972	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
41	21,8041	0,362	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
42	21,9412	4,0213	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5'-hexachloro-	038380-08-4
43	22,0441	0,4067	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1



44	22,0898	0,5653	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
45	22,1698	0,0349	Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester	000103-23-1
46	22,2213	1,5044	Methoxyacetic acid, 3-tetradecyl ester	1000282-04-9
47	22,347	0,0721	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',6,6'-hexachloro-	038411-22-2
48	22,3927	0,1573	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4',5,5'-hexachloro-	051908-16-8
49	22,5242	3,3509	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',6-Hexachloro-	056030-56-9
50	22,6213	0,267	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,5,5'-heptachloro-	052663-74-8
51	22,7471	0,069	Bromomethyl-2-[4-chlorophenyl]-6,8-dichloro-3-quinolyl ketone	1000254-06-5
52	22,8042	1,4773	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
53	22,8614	0,0716	1H-1,2,3-Thiazole-4-carboxylic acid, 2-(2,5-dichlorobenzothien-3-yl)methyl-, ethyl ester	1000267-48-8
54	22,93	0,4042	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
55	23,13	1,7811	Hexacosane	000630-01-3
56	23,2043	0,1444	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
57	23,3529	0,9762	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
58	23,4729	0,6125	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6-heptachloro-	052663-67-9
59	23,5929	0,2967	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
60	23,6501	0,3214	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5-hexachloro-	038380-08-4
61	23,7244	0,1001	Tricosane	000638-67-5
62	23,8101	0,23	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
63	23,9816	3,1114	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
64	24,1016	1,5341	Octacosane	000630-02-4
65	24,3074	0,053	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,5',6,6'-octachloro-	040186-71-8
66	24,7246	1,3126	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
67	24,8732	0,7523	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,5,5',6-Octachloro-	068194-17-2
68	25,0389	0,6589	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6-octachloro-	052663-78-2
69	25,1875	3,9914	Heptacosane	000593-49-7
70	25,5019	0,0627	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5,5'-heptachloro-	039635-31-9
71	25,8162	0,1117	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,5',6-nonachloro-	040186-72-9
72	25,9191	0,3419	Acenaphthylene, octachloro-	007267-16-5
73	26,0677	0,1877	Hexacosane, 13-dodecyl-	055517-73-2
74	26,4049	2,6131	Heptadecane, 9-octyl-	007225-64-1
75	26,4906	0,8288	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6-octachloro-	052663-78-2
76	27,2622	0,146	Octacosane	000630-02-4
77	27,4393	0,101	Methoxyacetic acid, 4-tetradecyl ester	1000282-05-0
78	27,7137	0,38	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachloro-	052663-79-3
79	27,8565	14,231	Octacosane	000630-02-4
80	28,2909	0,2337	Tetracosane	000646-31-1
81	28,5995	0,0916	Hexane, 2,3,5-trimethyl-	001069-53-0
82	28,9025	8,4075	Decachlorobiphenyl	002051-24-3
83	29,0796	0,2968	Octacosane	000630-02-4
84	29,5026	2,7109	Heneicosane	000629-94-7
85	30,0055	0,1342	3-Acetyl-cyclopentanone	075359-72-7
86	30,6971	0,1961	Eicosane	000112-95-8
87	30,96	0,1351	Pyrrolidine, 1-(1,6-dioxooctadecyl)-	056630-89-8
88	31,5658	16,4981	Hentriacontane	000630-04-6
89	32,1316	0,1638	Tetracosane	000646-31-1
90	32,846	0,1809	Tritetracontane	007098-21-7
91	32,9489	0,1877	Heptadecane	000629-78-7
92	33,2747	0,5883	Hentriacontane	000630-04-6



93	33,9205	2,4301	Heneicosane, 11-decyl-	055320-06-4
94	35,6522	0,1726	Nonadecane	000629-92-5
95	36,8639	4,0586	Hexacosane	000630-01-3
96	39,4015	0,3185	Docosane, 9-octyl-	055319-83-0
97	40,3845	1,0278	Hexatriacontane	000630-06-8
98	44,6938	0,628	Heptacosane	000593-49-7



D:\dati5973\Giancarlo\Terreni Brescia-Caffaro 10-06-14\TERRENO 5-T CCL4.D
PBM Apex minus start of
peak

Fri Jun 13 12:09:02 2014

PK	RT	Area Pct	Library/ID	CAS
1	8,1445	1,8136	Cyclopentasiloxane, decamethyl-	000541-02-6
2	10,3963	0,3304	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl-	000540-97-6
3	12,5853	0,1014	Cycloheptasiloxane, tetradecamethyl-	000107-50-6
4	17,4547	0,0983	Phthalic acid, isobutyl 2-pentyl ester	1000315-48-6
5	17,9577	0,2277	1,1'-Biphenyl, 2',3,4-trichloro-	038444-86-9
6	17,9862	0,2165	1,1'-Biphenyl, 2,3,3'-trichloro-	038444-84-7
7	18,4206	0,1565	Dibutyl phthalate	000084-74-2
8	18,6378	0,6443	1,1'-Biphenyl, 2,3',5,5'-tetrachloro-	041464-42-0
9	18,7292	0,189	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
10	18,7921	0,1058	1,1'-Biphenyl, 3,3',4,4'-tetrachloro-	032598-13-3
11	18,9179	0,132	Naphthalene, 1,4,6,7-tetrachloro-	055720-43-9
12	19,0607	0,243	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4'-tetrachloro-	002437-79-8
13	19,3236	0,2466	1,1'-Biphenyl, 2,3',4',5-tetrachloro-	032598-11-1
14	19,4665	0,1524	Naphthalene, 1,4,6,7-tetrachloro-	055720-43-9
15	19,7809	0,7122	1,1'-Biphenyl, 2,3',5,5'-tetrachloro-	041464-42-0
16	19,8551	1,0093	1,1'-Biphenyl, 3,3',4,4'-tetrachloro-	032598-13-3
17	19,9123	1,8032	1,1'-Biphenyl, 2,3',4',5-tetrachloro-	032598-11-1
18	20,2095	0,4104	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
19	20,2495	0,1663	1,1'-Biphenyl, 2,3',4',5-tetrachloro-	032598-11-1
20	20,2781	0,3258	1,1'-Biphenyl, 2,2',6,6'-tetrachloro-	015968-05-5
21	20,3295	1,9962	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
22	20,4267	0,7614	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5-pentachloro-	038380-01-7
23	20,5353	0,3463	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
24	20,7467	0,3462	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,5,5'-pentachloro-	052663-61-3
25	20,8325	1,7153	Benzene, 1,1'-(dichloroethenylidene)bis[4-chloro-	000072-55-9
26	20,8668	0,4879	1,1'-Biphenyl, 2,3',4,4',5-pentachloro-	031508-00-6
27	20,9468	0,3914	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4',6-pentachloro-	038380-03-9
28	21,0382	2,1346	1,1'-Biphenyl, 2',3,4,5,5'-Pentachloro-	070424-70-3
29	21,1182	0,2498	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
30	21,1754	0,1917	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
31	21,2326	1,1593	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
32	21,3068	0,4814	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,5,5'-hexachloro-	052712-04-6
33	21,3583	0,63	Quinoline, 2-(tribromomethyl)-	000613-53-6
34	21,4669	3,1409	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
35	21,5526	2,6812	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
36	21,684	0,2184	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4',5',6-hexachloro-	038380-04-0
37	21,7983	0,6039	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
38	21,9412	5,8686	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4',5-hexachloro-	038380-08-4
39	22,0441	0,5997	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1
40	22,0898	1,2099	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,4'-pentachloro-	032598-14-4
41	22,1699	0,1477	Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester	000103-23-1
42	22,2213	1,6971	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1
43	22,3413	0,1984	1,1'-Biphenyl, 2,2',4,4',5,5'-hexachloro-	035065-27-1



44	22,3927	0,2804	1,1'-Biphenyl, 2,3',4,4',5,5'-hexachloro-	052663-72-6
45	22,5242	5,4028	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5'-hexachloro-	035065-28-2
46	22,6214	0,5476	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
47	22,7471	0,1534	Chromone, 3,5-dibromo-6-hydroxy-2-methyl-	030095-77-3
48	22,8043	2,544	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
49	22,8614	0,2082	Chromone, 3,5-dibromo-6-hydroxy-2-methyl-	030095-77-3
50	22,9243	0,5546	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,5,5',6-heptachloro-	074472-51-8
51	23,1243	3,2099	Hexacosane	000630-01-3
52	23,2043	0,2844	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,4,4',5',6-heptachloro-	052663-69-1
53	23,3529	1,6395	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6-heptachloro-	052663-67-9
54	23,473	1,1103	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',5,5',6-heptachloro-	052663-67-9
55	23,5873	0,4907	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
56	23,6501	0,5419	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,5,6-hexachloro-	041411-62-5
57	23,8044	0,3286	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
58	23,9816	4,2209	1,1'-Biphenyl, 2,3,3',4,5,5',6-heptachloro-	074472-51-8
59	24,1016	3,4295	Octacosane	000630-02-4
60	24,7246	2,0793	2,2',3,3',4,5',6-Heptachlorobiphenyl	040186-70-7
61	24,8732	1,3517	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6-octachloro-	052663-78-2
62	25,0389	1,0703	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6-octachloro-	052663-78-2
63	25,1761	3,935	Heptacosane	000593-49-7
64	25,9134	0,6351	Citrost-7-en-3-ol	1000128-18-1
65	26,0677	0,359	Hexacosane, 13-dodecyl-	055517-73-2
66	26,3992	3,1885	Docosane	000629-97-0
67	26,4906	1,374	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,5'-octachloro-	035694-08-7
68	26,7649	0,1997	Squalene	007683-64-9
69	27,2565	0,2633	Nonacosane	000630-03-5
70	27,4337	0,296	Eicosane, 10-heptyl-10-octyl-	055470-98-9
71	27,708	0,5494	1,1'-Biphenyl, 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachloro-	052663-79-3
72	27,828	4,7547	Nonacosane	000630-03-5
73	28,8796	1,832	Decachlorobiphenyl	002051-24-3
74	29,0339	0,304	Pentatriacontane, 13-docosenylidene-	1000156-09-1
75	29,4969	2,9358	Hexacosane	000630-01-3
76	30,7028	0,274	Eicosane, 10-heptyl-10-octyl-	055470-98-9
77	30,9543	0,2803	Cyclohexane, 1-(1-tetradecylpentadecyl)-	055521-27-2
78	31,5087	5,3099	Hentriacontane	000630-04-6
79	33,2576	0,3561	Methoxyacetic acid, 3-tridecyl ester	1000282-04-6
80	33,9091	2,712	Heneicosane, 11-decyl-	055320-06-4
81	36,8296	2,7841	Hexacosane	000630-01-3
82	40,3731	1,1724	Octacosane	000630-02-4
83	44,6939	0,6949	Pentatriacontane	000630-07-9



Cordiali saluti,



Dott. Enrico Davoli
Capo Laboratorio Spettrometria di Massa